

NORMAG



FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY
INFORMATION SERVICE

Sectoral Information Centre
for Food Technology

**R
E
K
T
I
F
I
K
A
T
I
O
N**

NORMAG



OTTO FRITZ GMBH

NORMSCHLIFF-AUFBAUGERÄTE

6238 HOFHEIM AM TAUNUS

Feldstraße 1 · Postfach 1269

Vorwahl-Nr. 06192 · Telefon-Sa.-Nr. 6099

Telex 04-10426 labor d

Das Wort NORMAG
ist für Produkte der Otto Fritz GmbH
als Warenzeichen geschützt.

© 1976 by Otto Fritz GmbH, Hofheim am Taunus.

Alle Rechte, auch das der photomechanischen
Wiedergabe, auch auszugsweise, vorbehalten.

1. Auflage

Gesamtherstellung:
Druckerei Mitter KG, Hofheim am Taunus.



„... Da ich nun von den Künsten spreche,
will ich von der Destillation beginnen,
die vor nicht gar langer Zeit gefunden,
wie ein Wunder über alles Maß zu preisen ist;
nicht von jener, welche die Gewöhnlichen und Ungeschickten üben,
die das Edle nur verderben und zerstören,
vielmehr von der, welche die Kunst der Erfahrenen ist...

Möge, wer zu lernen und der Natur Geheimnis
zu ergründen liebt, damit beginnen...

*Der Kunst der Erfahrenen
zu dienen,
ist Aufgabe und Ziel
der*

NORMAG

The logo graphic for Normag, consisting of a stylized blue oval shape with a horizontal line through its center, positioned directly beneath the word "NORMAG".

*Vollkommenheit entsteht, nicht, wenn man nichts mehr hinzuzufügen hat,
sondern, wenn man nichts mehr wegnehmen kann.*

Antoine de Saint-Exupéry

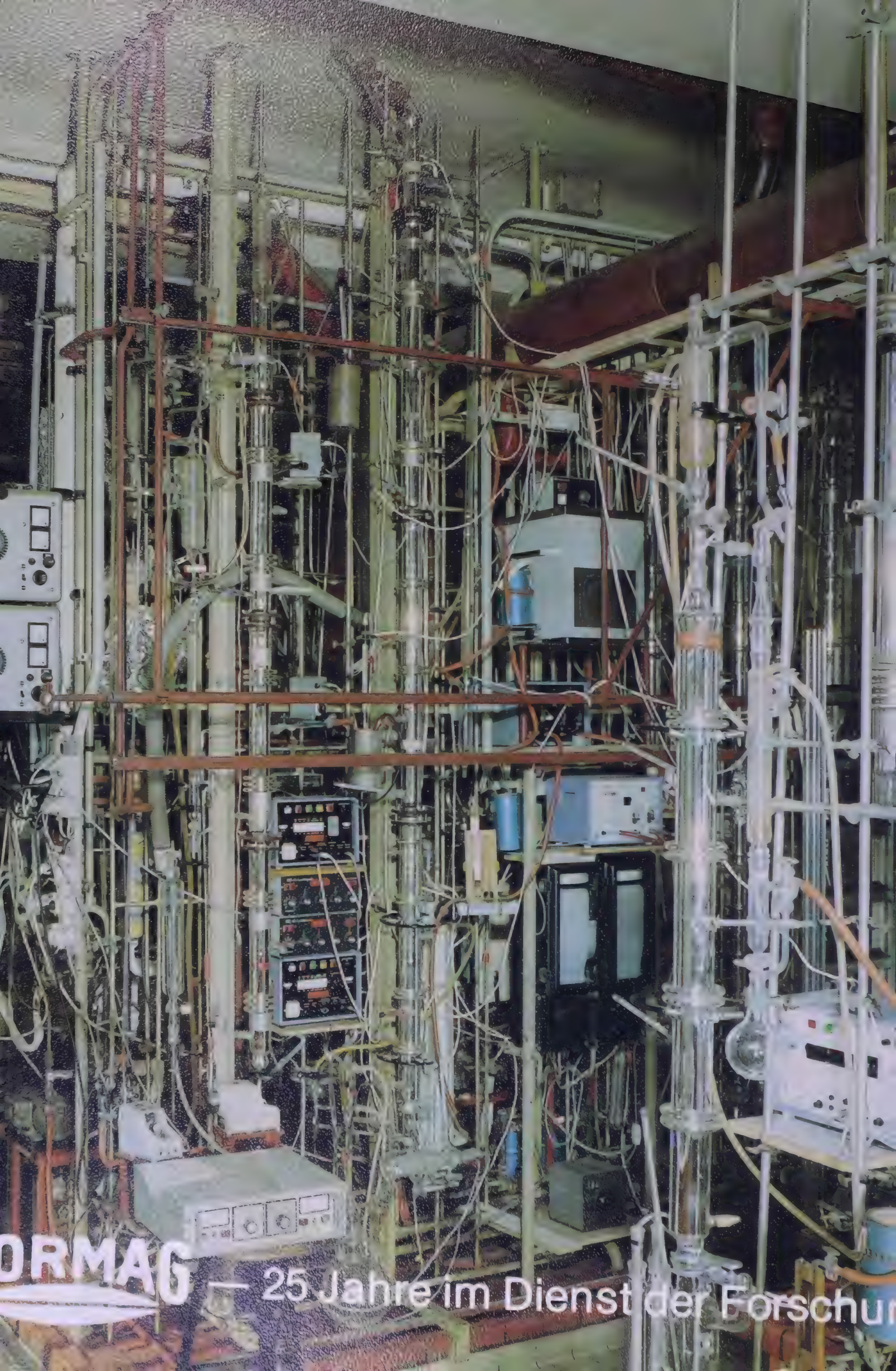
*Es ist unser ständiges Bestreben,
dem Chemiker
hochwertige Laborgeräte an die Hand zu geben,

die vielseitig einsatzfähig,
leicht aufzubauen und zu bedienen,
robust in der Handhabung und
auf einfache Weise zu reinigen sind.*

*Dabei bemühen wir uns,
Zweckmäßigkeit mit werkgerechter Formgebung
zu verbinden.*

NORMAG

im Frühjahr 1976



ORMAG — 25 Jahre im Dienst der Forschung

Theoretische Grundlagen und praktische Anwendung der Destillation und Rektifikation im Labor	1
Labor-Rektifiziereinheit	2
Füllkörper-, Vigreux-Kolonnen	3
Glockenboden-Kolonnen	4
Kolonnen-Bauteile	5
Mikro-Drehbandkolonne	6
Kolonnenköpfe	7
Molekularsiebanlage, Reindarstellung von Lösungsmitteln	8
Azeotrope Destillation	9
Umlaufverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer	10
Sumpfdruckregler, Kühlelement zur Differenzdruckmessung	11
Fallfilmverdampfer	12
Dünnschichtverdampfer	13
Kurzweg-Destillation (Molekulardestillation), Kaskaden-Verdampfer	14
Dosiertrichter	15
Gleichgewichtsbestimmungsapparatur	16
Normag-Labor-Glaspumpe	17
Normag-Elektronik	18
Vakuum-Regelung	19
Kühlfallen, Manometer	20
Inhaltsverzeichnis nach Stichworten	21



**Theoretische Grundlagen
und praktische Anwendung
der Destillation und Rektifikation
im Labor**

Unter den thermischen Stofftrennverfahren nehmen die Destillation und Rektifikation zur Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen in die einzelnen Komponenten eine hervorragende Stellung ein. Während die Destillation das älteste physikalische Verfahren zur Gewinnung reiner Flüssigkeiten ist, ist die Rektifikation, das ist die mehrfache Wiederholung der beim Destillieren durchgeführten Grundoperationen des Verdampfens und Kondensierens, erstmals zu Beginn des 19. Jahrhunderts angewendet worden. Welche Bedeutung diese beiden thermischen Stofftrennverfahren heute haben, kann man daran ermesen, daß die chemische Industrie praktisch kein Produkt erzeugt, bei dessen Herstellung nicht wenigstens an einer Stelle des Verfahrensganges destilliert oder rektifiziert wird.

I. Physikalische Grundlagen.

Die Zerlegung eines Flüssigkeitsgemisches in die Einzelkomponenten unter Anwendung von Wärme beruht auf der Tatsache, daß sowohl bei Teilverdampfung eines flüssigen als auch bei Teilkondensation eines dampfförmigen Gemisches im allgemeinen eine Anreicherung der leichter siedenden Gemischpartner im Dampf erfolgt. Dieser Elementareffekt, der bei der Destillation nur einmal ausgenutzt wird, wird bei der Rektifikation durch wiederholten Phasenkontakt zwischen Flüssigkeit und Dampf vervielfacht. Die physikalische Erklärung für den Trenneffekt bei der Teilverdampfung und Teilkondensation von Gemischen ist im unterschiedlichen Dampfdruckverhalten der Gemischkomponenten begründet, die eine unterschiedliche Neigung zeigen, bei Wärmezufuhr in die Dampfphase überzugehen. Ein Maß dafür ist die sog. relative Flüchtigkeit α , für die im Falle des idealen Zweistoffgemisches gilt

$$\alpha_{12} = \frac{P_1''}{P_2''} \quad (P, T = \text{konst.}) \quad (1)$$

P_1'' und P_2'' sind die Siededrucke der reinen Komponenten 1 und 2 bei der Temperatur T . Danach ist die relative Flüchtigkeit bei Kenntnis der Dampfdruckkurven der reinen Stoffe berechenbar. Der Zahlenwert von α gibt einen ersten Aufschluß darüber, ob ein Gemisch destillativ-rektifikativ verhältnismäßig leicht ($\alpha \approx > 2,0$) oder nur mit größerem Aufwand ($1 < \alpha < 2$) zu trennen sein wird.

II. Das Phasengleichgewicht Flüssigkeit—Dampf.

1. Ideale Gemische.

Im einfachsten Fall eines idealen Gemisches ist mit Hilfe des Daltonschen und Raoult'schen Gesetzes eine quantitative Aussage über die bei Teilverdampfung und Teilkondensation erzielbare Anreicherung der Leichtersieder im Dampf möglich. Bezeichnen P den Gesamtdruck, P_i die Partialdrücke der Komponenten, P_i'' die Siededrucke der reinen Komponenten und x_i und y_i die Molenbrüche der Komponenten in der Flüssigkeit und im Dampf, so folgt aus

$$P = \sum P_i \quad \text{bzw.} \quad P_i = P \cdot y_i \quad (\text{Dalton}) \quad (2)$$

$$\text{und} \quad P_i = P_i'' \cdot x_i \quad (\text{Raoult}) \quad (3)$$

für das ideale Zweistoffgemisch wegen

$$x_1 + x_2 = 1 \quad \text{und} \quad y_1 + y_2 = 1 \quad (4)$$

$$x_1(P, T) = \frac{P - P_2''}{P_1'' - P_2''} \quad (5) \quad \text{und} \quad y_1(P, T) = \frac{P_1''}{P} \cdot x_1 \quad (6)$$

Für $P = \text{konst.}$ geben die Gleichungen (5) und (6) den Verlauf der Siede- und Taulinie wieder.

Aus (5) und (6) ergibt sich unter der Voraussetzung, daß die relative Flüchtigkeit zwischen $x_1 = 0$ und $x_1 = 1$ konstant ist, mit

$$\alpha_{12} = \frac{P_1''}{P_2''}$$

der analytische Ausdruck für das Dampf-Flüssigkeits-Phasengleichgewicht eines idealen Zweistoffgemisches

$$y_1 = \frac{\alpha_{12} \cdot x_1}{1 + (\alpha_{12} - 1) \cdot x_1} \quad (7)$$

In Abb. 1 ist das Phasengleichgewichtsverhalten des pseudoidealen Gemisches Benzol-Toluol, berechnet nach (5), (6) und (7), aufgetragen.

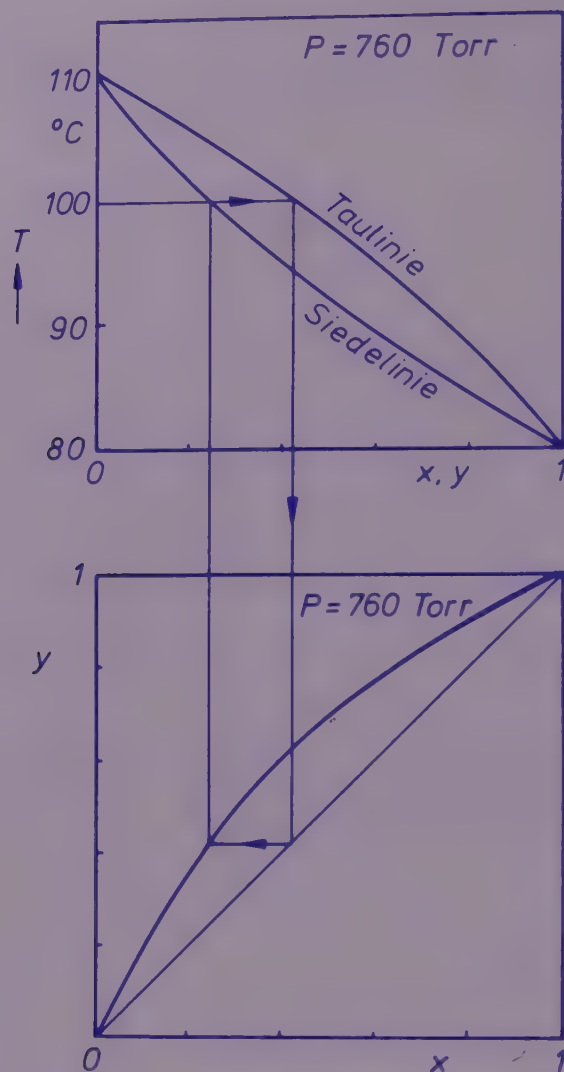


Abb. 1: Phasengleichheit Benzol-Toluol bei 760 Torr

2. Reale Gemische.

Die für das Phasengleichgewicht von idealen Gemischen abgeleiteten Beziehungen können auch zur Beschreibung des Verhaltens von nicht idealen Systemen verwendet werden, wenn man die Abweichung vom Raoult'schen Gesetz durch eine Korrektur der Molenbrüche und die Abweichungen vom idealen Gasgesetz durch eine Druckkorrektur berücksichtigt. Anstelle der Molenbrüche tritt dann die Aktivität

$$a_i = \gamma_i \cdot x_i \quad (8)$$

und für die Drücke P_i'' und den Gesamtdruck P wird die Fugazität

$$f_i'' = v_i'' \cdot P_i'' \quad \text{bzw.} \quad f_i = v_i \cdot P \quad (9)$$

gesetzt. Damit wird aus Gleichung (6) die allgemein gültige Beziehung

$$y_i = \gamma_i \frac{v_i''}{v_i} \cdot \frac{P_i''}{P} \cdot x_i \quad (10)$$

Die Aktivitäts- und Fugazitätskoeffizienten γ_i und v_i sind im allgemeinen Funktionen von Druck, Temperatur und Konzentration. Sie sind berechenbar, wenn man die molekularen Wechselwirkungen in den beiden Phasen und die Zustandsgleichungen der reinen Komponenten kennt¹⁾.

Faßt man die druck- und temperaturabhängigen Größen zu einer sog. Gleichgewichtskonstanten $K_i(P, T)$ zusammen, so erhält man für das Phasengleichgewicht im allgemeinen Fall

$$y_i = K_i(P, T) \cdot x_i \quad (11)$$

und für das reale Zweistoffgemisch

$$y_1 = K_1(P, T) \cdot x_1 \quad (11a)$$

und

$$x_1 = \frac{1 - K_2}{K_1 - K_2} \quad (11b)$$

Da in der Laborpraxis in der Regel bei mäßigen Drücken gearbeitet wird, macht man keinen großen Fehler, wenn man mit idealem Verhalten der Gemischkomponenten in der Gasphase rechnet ($v_i'' = v_i = 1$) und für das Phasengleichgewicht des realen Zweistoffgemisches die Beziehung

$$y_1 = \frac{a_{12}(T) x_1}{1 + [a(T) - 1] x_1} \quad (7a)$$

mit
$$a_{12}(T) = \frac{\gamma_1(x_1)}{\gamma_2(x_2)} \cdot \frac{P_1''}{P_2''} \quad (P = \text{konst.}) \quad (1a)$$

verwendet wird.

Zur Berechnung der Aktivitätskoeffizienten in Abhängigkeit von der Konzentration stehen eine Reihe von empirischen Korrelationen zur Verfügung. Bewährt hat sich die Wilson-Gleichung

$$\ln \left[\frac{\gamma_1}{\gamma_2} \right] = \ln \left[\frac{x_2 + A_{21} x_1}{x_1 + A_{12} x_2} \right] + \frac{A_{12}}{x_1 + A_{12} x_2} - \frac{A_{21}}{x_2 + A_{21} x_1} \quad (12)$$

die mit zwei experimentell zu ermittelnden, systemspezifischen Konstanten A_{12} und A_{21} auskommt, welche die binären Wechselwirkungen berücksichtigen.

Der Vorteil in der Anwendung dieses Formalismus zur Beschreibung des realen Gleichgewichtsverhaltens liegt darin, daß man mit nur wenigen experimentellen Informationen das Phasengleichgewicht Flüssigkeit—Dampf vorausberechnen kann.

3. Experimentelle Bestimmung des Phasengleichgewichtes.

Die experimentelle Bestimmung des Phasengleichgewichtes Flüssigkeit—Dampf erfolgt nach verschiedenen Methoden, deren Einsatz in erster Linie von der Höhe des Systemdruckes abhängt¹⁾. Im Druckbereich zwischen 10^{-3} bar und einigen bar, der bei der Labordestillation in Frage kommt, wird vorteilhaft die Methode der Zirkulation der Dampf- und Flüssigkeitsphase angewendet, die sich apparativ in einfacher Weise mit einer Cottrellschen Pumpe verwirklichen läßt. Gleichgewichtsapparaturen, die nach diesem Prinzip arbeiten, sind heute kommerziell verfügbar. Abb. 2 zeigt die in der Praxis erprobte NORMAG-Gleichgewichtsapparatur²⁾, die sich durch ihre Kompaktbauweise auszeichnet. In Abb. 3 ist

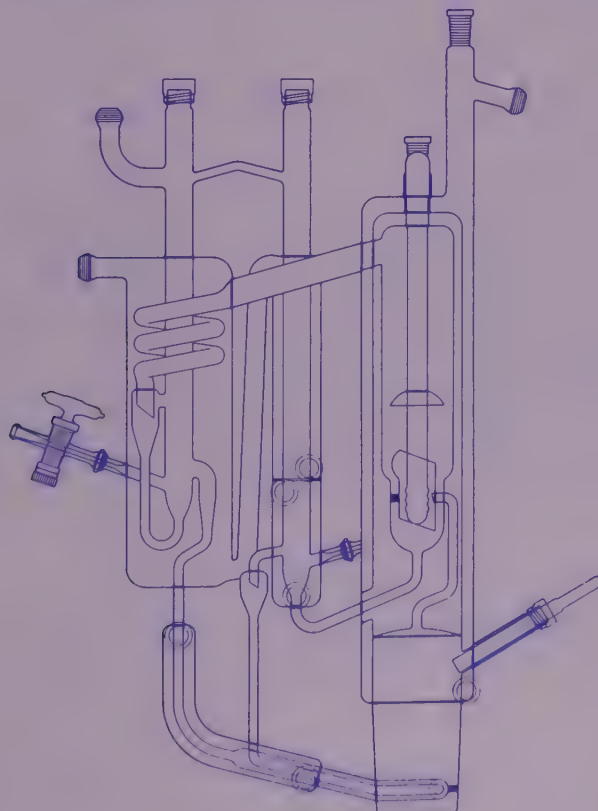


Abb. 2:
NORMAG-Gleichgewichts-
bestimmungsapparatur
(Maßstab 1 : 6)

¹⁾ vgl. Ss. 130—133

das mit der NORMAG-Apparatur vermessene*) Phasengleichgewicht Flüssigkeit—Dampf des azeotropen Gemisches Benzol-Cyclohexan aufgetragen. Ein Vergleich zwischen den Meßpunkten und dem mit $A_{12} = 0,9558$ und $A_{21} = 0,7126$ nach (1a), (7a) und (12) berechneten Kurvenlauf, der die Meßpunkte mit einer mittleren Abweichung der Dampfphasenkonzentration von 0,0016 wiedergibt, beweist, daß die NORMAG-Apparatur thermodynamisch konsistente Gleichgewichtsdaten liefert.

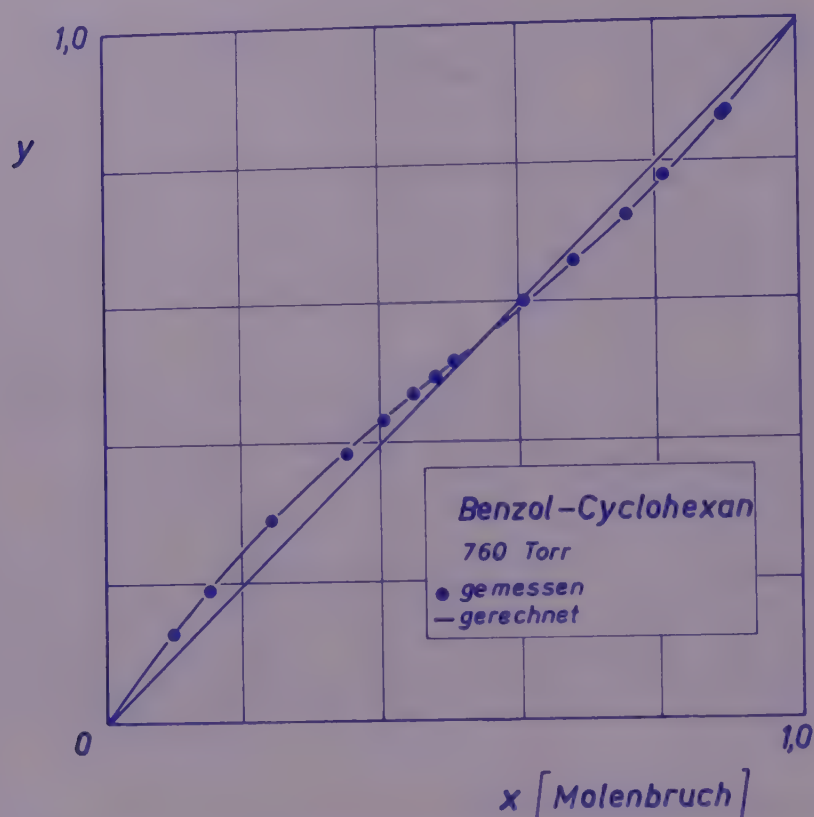


Abb. 3: Phasengleichgewicht Benzol-Cyclohexan bei 760 Torr

Für sehr viele technisch interessante Zwei- und Mehrstoffgemische sind derartige Gleichgewichtskurven experimentell ermittelt und auf ihre Zuverlässigkeit überprüft worden. Die vorhandenen Daten sind in mehreren Tabellenwerken zusammengestellt^(2, 3, 4, 5, 6).

III. Die Trennung von Flüssigkeitsgemischen durch Destillation.

Die Kenntnis des Phasengleichgewichtes ermöglicht eine direkte Aussage darüber, inwieweit ein Flüssigkeitsgemisch durch einfaches Destillieren, d. h. Teilverdampfen und fraktioniertes Kondensieren, thermisch zerlegt werden kann. Betrachtet man das Gleichgewichtsdigramm des Gemisches Benzol-Cyclohexan (Abb. 3), das den Zusammenhang zwischen den korrespondierenden Konzentrationsverhältnissen in der Flüssigkeit und dem hieraus erzeugten Dampf darstellt, so stellt man fest, daß bei diesem Gemisch der destillativ erzielbare Trenneffekt als Folge der kleinen Siedepunktsdifferenz zwischen den reinen Komponenten ($1,3^\circ \text{C}$ bei 760 Torr) gering ist. Eine weitgehende Trennung durch Destillation ist nur möglich, wenn sich die Gemischpartner im Dampfdruckverhalten hinreichend unterscheiden, d. h. die relative Flüchtigkeit sehr groß ist. Dies trifft im Extremfall einer Salzlösung zu, bei welcher der Dampfdruck des Salzes gegenüber dem des Lösungsmittels vernachlässigbar klein ist und damit $\alpha_{12} \rightarrow \infty$ geht.

1. Absatzweise offene Destillation.

Bei der im Labor durchgeführten offenen Destillation wird das Ausgangsgemisch B aus einer Destillierblase teilweise (dF) verdampft und die entstehenden Dämpfe in einem nachgeschalteten Kühler kondensiert. Aus einer Stoffbilanz für die

* Die Messungen wurden durchgeführt am Institut für Theoretische Grundlagen der Chemischen Technik, Abteilung für Chemische Thermodynamik (Leiter: Prof. Dr. E. Hála), der Tschechoslowakischen Akademie der Wissenschaften, Prag, CSSR.

leichter siedende Komponente folgt unmittelbar der Zusammenhang zwischen der Blasenfüllung und den zugeordneten Konzentrationen (vgl. Abb. 4):

bzw. nach Integration

$$d(B \cdot x) = y \cdot dB \quad (13)$$

$$\int_{B_2}^{B_1} \frac{dB}{B} = \int_{x_2}^{x_1} \frac{dx}{y-x} \quad \ln \frac{B_1}{B_2} = \int_{x_2}^{x_1} \frac{dx}{y-x} \quad (14)$$

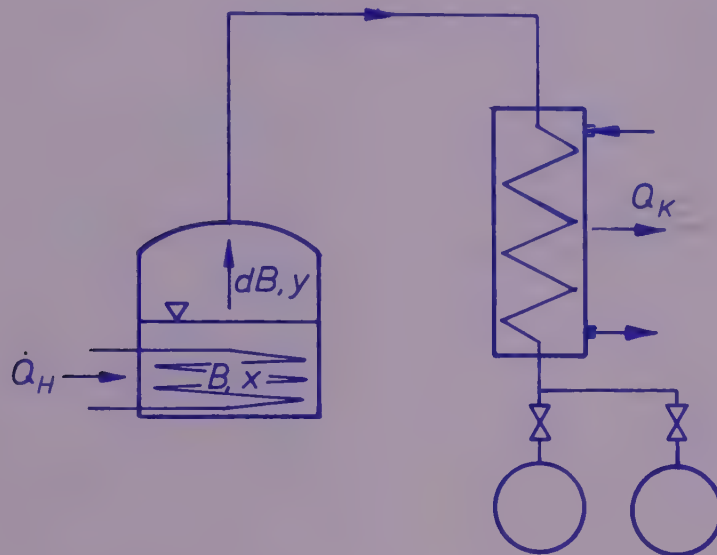


Abb. 4: Absatzweise offene Destillation

Darin bedeuten B_1 und B_2 die Blasenanfangs- und endfüllung, x_1 und x_2 die zugehörigen Konzentrationen des Blaseninhalts, und y die zur jeweiligen Blasenkonzentration x gehörende Gleichgewichtskonzentration.

Da die Gleichgewichtskurve i. a. nicht analytisch vorliegt, muß das Integral in (14) graphisch gelöst werden. Aus dem für verschiedene x_1 nach (14) berechneten und in Abb. 5 aufgetragenen Verlauf von B_2/B_1 über x_1/y_1 läßt sich ablesen, bei welchem Blasenfüllungsgrad eine Destillation abgebrochen werden muß, damit die Restflüssigkeit B_2 die gewünschte Konzentration x_2 oder das Destillat die geforderte Erzeugniskonzentration

$$\bar{y} = \frac{B_1 \cdot x_1 - B_2 \cdot x_2}{B_1 - B_2} \quad (15)$$

hat.

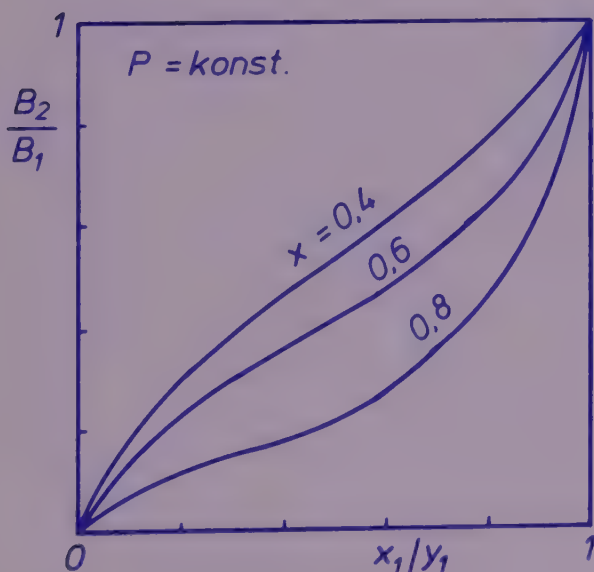


Abb. 5: Blasenfüllungskurven

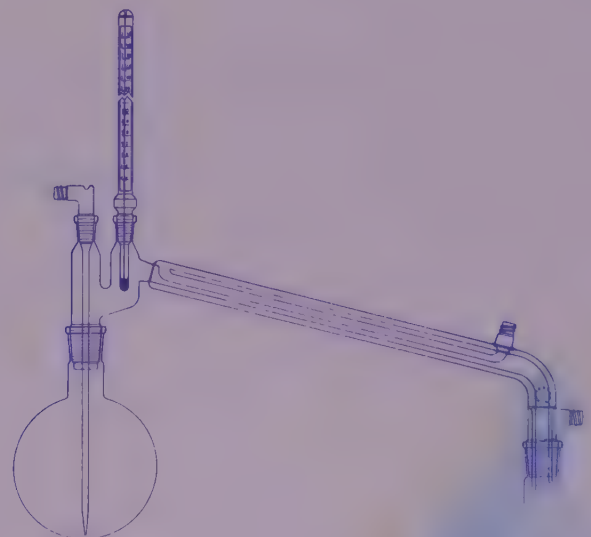


Abb. 6: NORMAG-Labordestilliereinheit

Abb. 6 zeigt eine aus Teilen des NORMAG-Glasgeräte-Programms aufgebaute Labordestilliereinheit.

2. Kontinuierliche offene Destillation.

Die offene Destillation läßt sich im Labor in einfacher Weise auch kontinuierlich durchführen, wenn man anstelle der Destillierblase eine außen beheizte Rieselfilmsäule einsetzt und die Wärmezufuhr so steuert, daß sich das Verhältnis B_2/B_1 der je Zeiteinheit ab- und zulaufenden Flüssigkeitsmassen der gewünschten mittleren Erzeugniskonzentration \bar{y} entsprechend einstellt (vgl. Abb. 7). Für die kontinuierliche offene Destillation gelten dieselben Gesetzmäßigkeiten wie für den absatzweisen Destillationsbetrieb. In beiden Fällen kann durch Hintereinanderschalten mehrerer Destillier-einheiten die Aufkonzentrierung einer Komponente wesentlich erhöht werden. Mit zunehmender Stufenzahl wird die Produktausbeute jedoch immer kleiner.

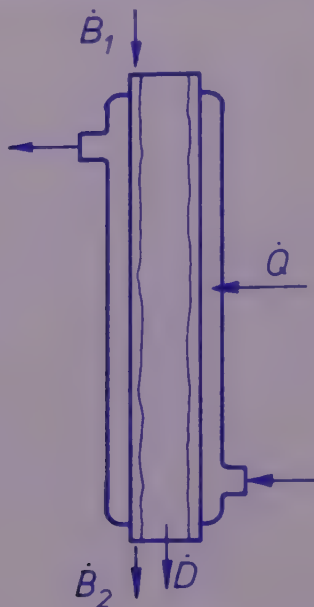


Abb. 7: Kontinuierliche offene Destillation

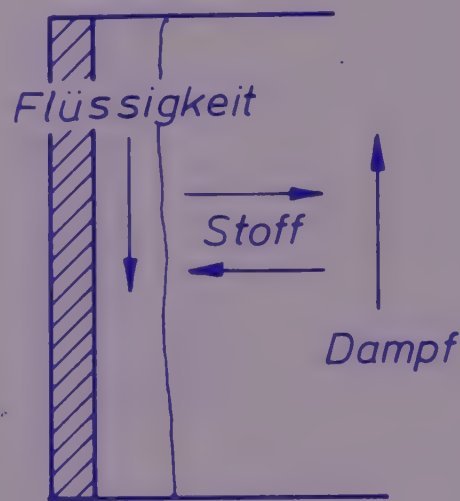


Abb. 8: Zweiphasen-Gegenstrom

IV. Trennung von Flüssigkeitsgemischen durch Rektifikation.

Derselbe Trenneffekt, der durch eine Kaskadendestillation erzielt werden kann, wird einfacher durch Erzwingen eines Mehrfach-Phasenkontaktes zwischen Flüssigkeit und Dampf des selben Systems erreicht. Dazu genügt es, einen Teil des aus der Destillierblase aufsteigenden Dampfes zu kondensieren und das Kondensat längs einer Austauschfläche im Gegenstrom zum Dampf zu führen (Abb. 8). Auf diese Weise wird bewirkt, daß das Gleichgewicht zwischen den beiden Phasen Flüssigkeit und Dampf laufend gestört wird. Die Folge davon ist ein Stoffaustausch zwischen den Phasen mit dem Ziel, das System einem stabilen Gleichgewichtszustand zuzuführen.

Der Mechanismus des Zweiphasen-Stoffaustausches bei der Rektifikation wird verständlich, wenn man die Verhältnisse an der beiden Phasen gemeinsamen Phasengrenzfläche betrachtet (Abb. 9). Aufgrund des Temperaturunterschiedes

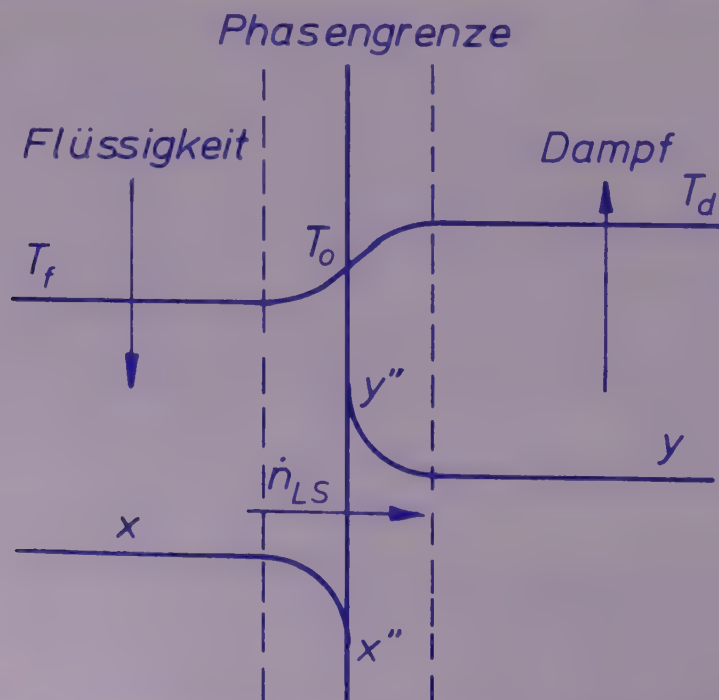


Abb. 9: Temperatur- und Konzentrationsverhältnisse bei der Rektifikation



Labor-Rektifiziereinheit mit Glockenbodenkolonnen

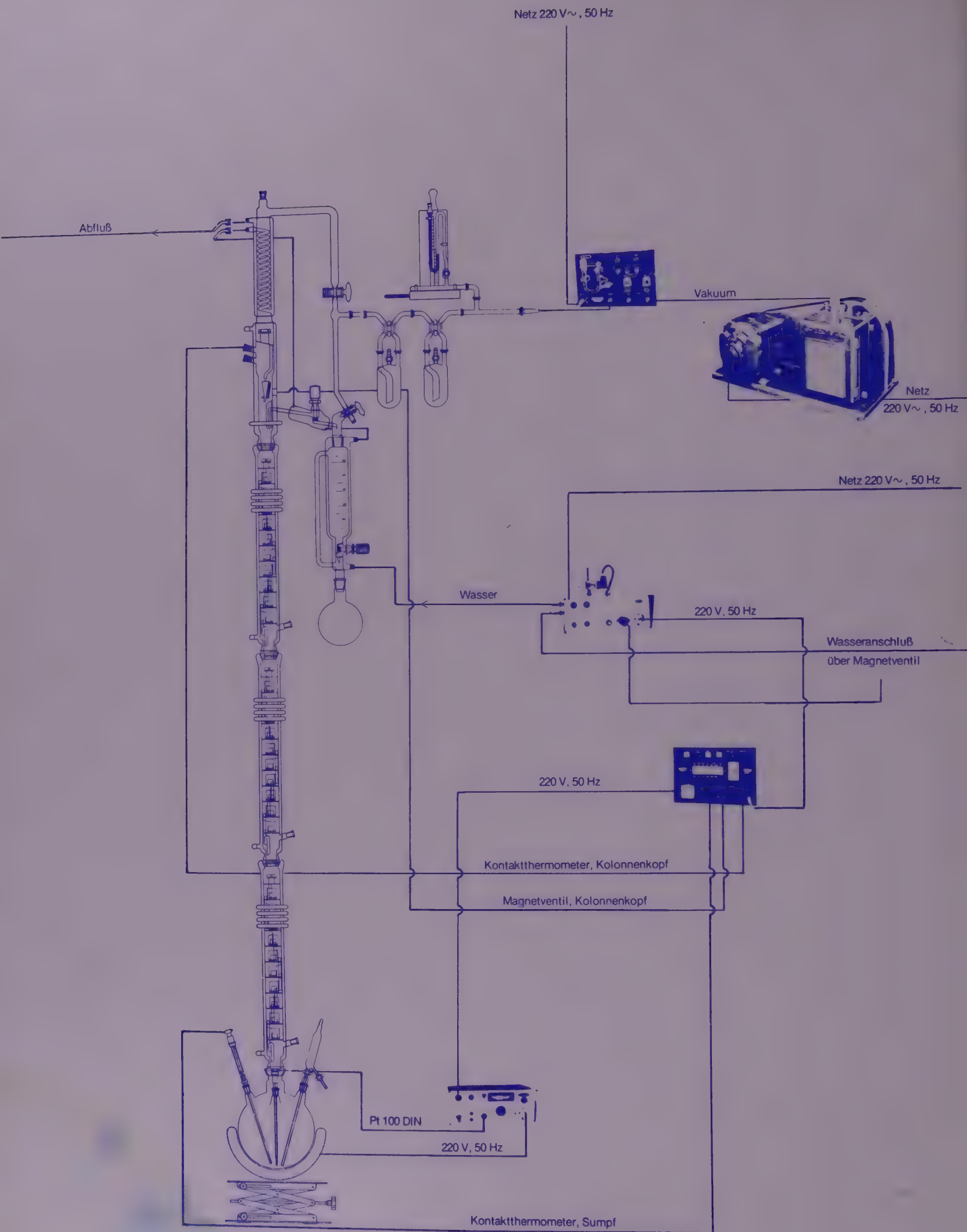


Abb. 10: Labor-Rektifiziereinheit mit NORMAG-Glockenbodenkolonnen

zwischen den an der Grenzfläche im Gleichgewicht befindlichen Phasen kondensiert eine Teildampfmenge an der kälteren Flüssigkeit. Die freiwerdende Kondensationswärme wird nun ihrerseits ausgenutzt, um eine Teilflüssigkeitsmenge zu verdampfen. Infolge des Konzentrationsgefälles im Dampf und in der Flüssigkeit kondensiert dabei bevorzugt die schwerer siedende Komponente, während aus der Flüssigkeit bevorzugt die leichter siedende verdampft. Dadurch führt der Stoffaustausch zu einer Anreicherung der Leichtersieder im Dampf und der Schwerersieder in der Flüssigkeit und somit zu einer Trennung der Gemischpartner.

1. Rektifizierapparate.

Die technische Durchführung des Zweiphasen-Stoffaustausches bei der Rektifikation erfordert im einfachsten Fall ein leeres Rohr, in dem die Flüssigkeit als Rieselfilm dem aufsteigenden Dampf entgegenströmt. Da jedoch der beim Stoffaustausch übergehende Stoffstrom und damit die erzielbare Trennleistung von der Größe der Kontaktfläche und von der Kontaktzeit der am Austausch beteiligten Phasen abhängen, besitzen die in der Praxis eingesetzten Rektifizierapparate, deren Grundform das Rohr ist, Einbauten. Diese Einbauten — Böden und Füllkörper — erhöhen einerseits die Verweilzeit der Flüssigkeit im Kontaktraum, in dem sie dort durch einen Flüssigkeitsstau den Betriebsinhalt des Apparates vergrößern, und andererseits die Austauschfläche durch eine Verteilung der Flüssigkeit über den Säulenquerschnitt und durch Ausbildung von Sprudel- und Schaumzonen.

In der Laborpraxis werden vorzugsweise Rektifiziersäulen aus Glas mit Sieb- und Glockenböden oder mit Füllkörperpackungen aus Glas-Raschigringen sowie metallischen Maschendrahttringen und Drahtwendeln verwendet. Abb. 10 zeigt eine Labor-Rektifiziereinheit mit NORMAG-Glockenbodensäulen*) von 50 mm Dmr. mit je 1 Glocke pro Boden. Für spezielle Trennaufgaben stehen Sonderkonstruktionen zur Verfügung.

Die in Abb. 11 dargestellte NORMAG-Mikrodrehbandkolonne**) ist nach der Forderung auf geringen Druckverlust konzipiert und für den Vakuumbetrieb gedacht. Sie besitzt in der Stoffaustauschsäule ein aus einem verdrehten Hostaflon®-Band gebildetes rotierendes Wischersystem, das für eine Verteilung der Flüssigkeit sorgt und eine hinreichend lange Verweilzeit der Phasen in der Säule garantiert. Diese Kolonne eignet sich besonders für die Verarbeitung temperaturempfindlicher oder zur Polymerisation neigender Stoffgemische.

Mit den genannten Rektifizierapparaten aus Glas — Siebboden-, Glockenboden-, Füllkörpersäule, Drehbandkolonne — können im Bereich von 10^{-3} bis 1 bar alle in der Laborpraxis vorkommenden Trennprobleme optimal gelöst werden.

2. Trennleistung von Laborrektifizierapparaten.

Während in der Technik die Bearbeitung einer Trennaufgabe bei vorgegebenen Betriebsbedingungen in der Ermittlung des Durchmessers und der Höhe des Stoffaustauschapparates gipfelt, ist im Labor die Fragestellung vielfach umgekehrt und nach der maximalen Belastbarkeit, d. h. dem größtmöglichen Durchsatz, und der Trennwirkung eines vorhandenen Apparates gefragt. Zwischen dem Durchsatz und der Trennwirkung besteht bei einer Rektifiziersäule ein

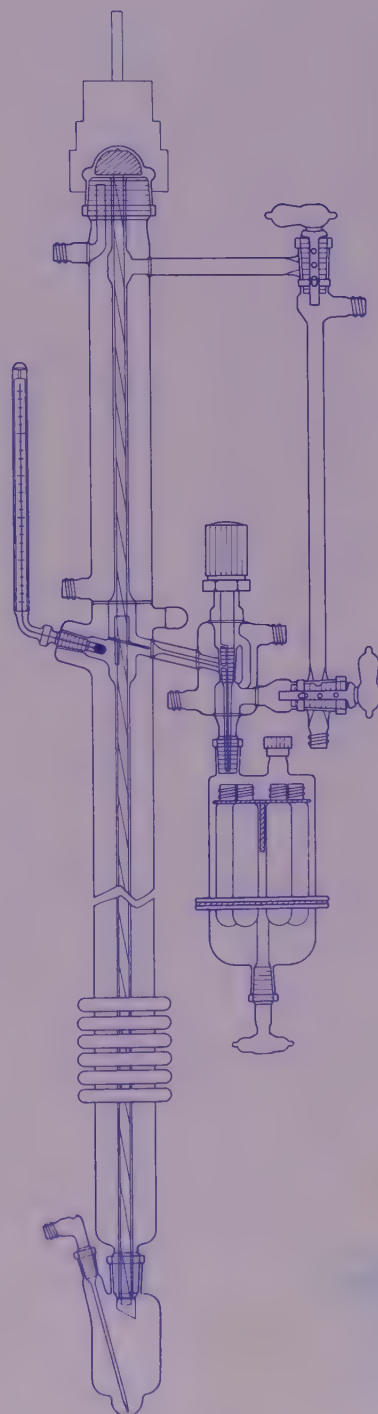


Abb. 11: NORMAG-Mikrodrehbandkolonne

*) vgl. Ss. 32—39

**) vgl. Ss. 48—55

Zusammenhang, der durch die hydrodynamischen und Stoffaustauschverhältnisse in der arbeitenden Säule bestimmt wird und in der Charakteristik der sog. Belastungskurve zum Ausdruck kommt. Zur Kennzeichnung von Belastung und Trennwirkung werden nebeneinander verwendet:

Für die Belastung:

- die Rücklaufbelastung \dot{F} [l/h]
- die Dampfbelastung \dot{D} [m³/h]
- die auf den leer gedachten Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit w_d [m/s]
- die vergleichbare Luftgeschwindigkeit $w_l = w_d \cdot \sqrt{\frac{\rho_d}{\rho_l}}$ [m/s]
- der Belastungsfaktor $F = w_d \cdot \sqrt{\rho_d} \cdot [\text{m/s} \cdot \sqrt{(\text{kg/m}^3)}]$

Für die Trennwirkung:

- die theoretische Bodenzahl n_{th}
- das Höhenäquivalent eines theoretischen Bodens HETP [m]
- das Verstärkungsverhältnis eines Bodens s
- das Kolonnen-Verstärkungsverhältnis \bar{s}
- die Höhe einer Übertragungseinheit HTU [m]

Eine Erklärung dieser Begriffe wird anhand des Gleichgewichtsdiagrammes (Abb. 12), in dem die Konzentrationsverhältnisse in einer Rektifiziersäule dargestellt werden können, verdeutlicht. In diesem Diagramm sind die Gleichgewichts-

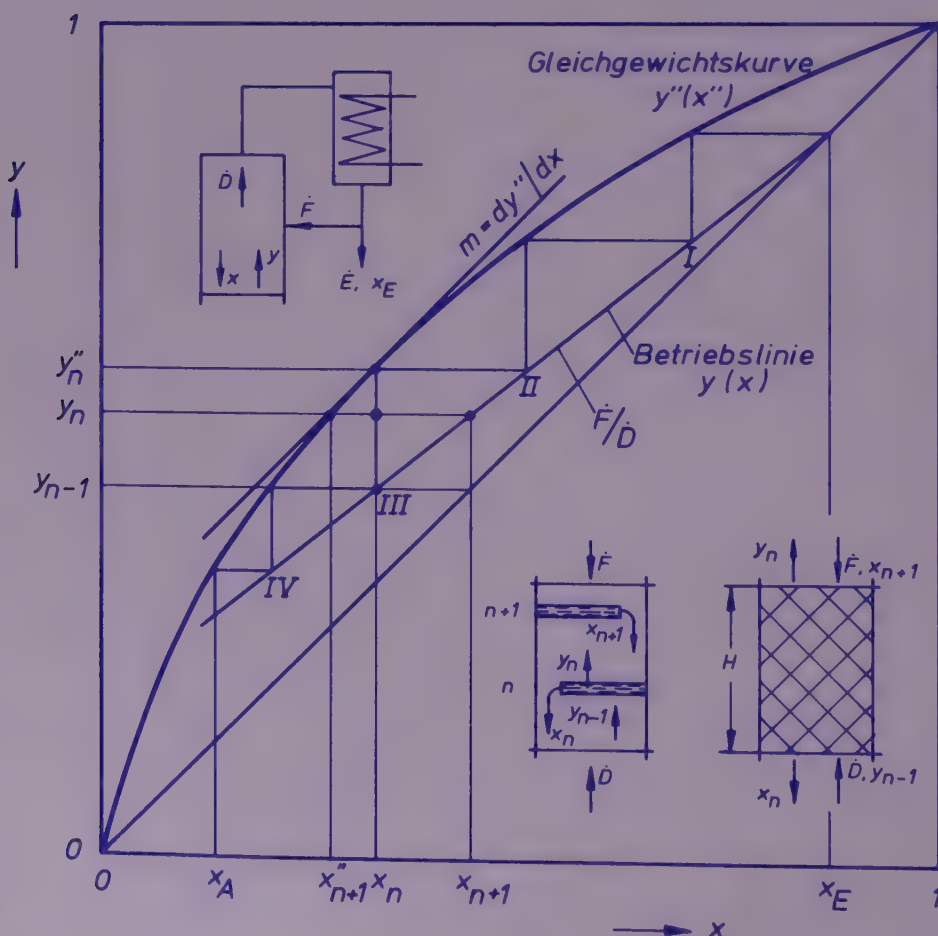


Abb. 12: Gleichgewichtsdiagramm

kurve $y''(x'')$, die Betriebslinie $y(x)$ und die an verschiedenen Stellen in der Säule herrschenden Konzentrationen eingetragen. Die Betriebslinie, deren mathematische Formulierung aus einer Massen- und Stoffbilanz für das Leichtersiedende um den Säulenkopf folgt,

$$y = \frac{\dot{F}}{\dot{D}} \cdot x + (1 - \frac{\dot{F}}{\dot{D}}) x_E \quad (16)$$

gibt den Zusammenhang zwischen der Dampf- und Flüssigkeitskonzentration y und x in jedem Säulenquerschnitt an. Vorausgesetzt ist dabei, daß die Massenströme von Rücklaufflüssigkeit \dot{F} [kmol/h] und Dampf \dot{D} [kmol/h] längs der Säule konstant seien.

Gebräuchlicher als das Massenstromverhältnis F/D ist das sog. Rücklaufverhältnis

$$v = \dot{F}/\dot{E}, \quad (17)$$

das ist die auf das Erzeugnis E (mit der Konzentration x_E) bezogene Rücklaufmasse. Damit ergibt sich für die Betriebslinie die Beziehung:

$$y = \frac{v}{v+1} x + \frac{x_E}{v+1} \quad (16a)$$

Betrachtet man nun den Boden n der Rektifiziersäule in Abb. 12, dem Dampf der Konzentration y_{n-1} und Flüssigkeit der Konzentration x_{n+1} zuströmen, und von dem Dampf und Flüssigkeit mit den durch den Stoffaustausch zwischen diesen beiden Phasen veränderten Konzentrationen y_n und x_n abströmen, so sieht man, daß im günstigsten Falle die Dampfkonzentration y_n Phasengleichgewichtskonzentration zu x_n sein kann. Man bezeichnet daher ein Austauschelement, in dem Flüssigkeit und Dampf vollkommen durchmischt sind und der aufsteigende Dampf mit der ablaufenden Flüssigkeit im Gleichgewicht steht, als theoretischen Boden n_{th} oder als theoretische Stufe. Im Falle $y_n = y_n''$ hätte der betrachtete Rektifizierboden demnach die Trennwirkung eines theoretischen Bodens.

Nimmt man an, alle Böden würden derart theoretisch arbeiten, dann kann die zur Bewältigung einer vorgegebenen Trennaufgabe erforderliche theoretische Bodenzahl in einfacher Weise gefunden werden, in dem man die Betrachtungen am Boden n auf die anderen Böden ausdehnt. Dies führt im Gleichgewichtsdiagramm zum McCabe-Thiele-Verfahren⁷⁾, bei dem ein Treppenlinienzug zwischen der Betriebslinie und der Gleichgewichtskurve gezeichnet wird, beginnend bei x_E und endend bei der Ablaufkonzentration x_A . Die theoretische Bodenzahl folgt als Anzahl der Eckpunkte dieses Polygonzuges auf der Betriebslinie. Analytisch erhält man durch stufenweises Bilanzieren unter der Voraussetzung, daß die Gleichgewichtskurve durch

$$\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha_{12} \frac{x_1}{1-x_1} \quad (7)$$

mit $\alpha_{12} = \frac{K_1(T, P)}{K_2(P, T)}$ beschrieben werden kann, die Fenske-Gleichung⁸⁾:

$$n_{th} = \frac{\log \frac{x_E}{x_A} + \log \frac{1-x_A}{1-x_E}}{\log \alpha_{12}} \quad (18)$$

für $v = \infty$.

Mit ihr kann die theoretische Bodenzahl jedoch nur für den Fall unendlichen Rücklaufverhältnisses berechnet werden. Die durch die Wirkung eines Rektifizierbodens tatsächlich erhaltbare Anreicherung des Leichtersieders im Dampf $y_n - y_{n-1}$ oder Verarmung in der Flüssigkeit $x_{n+1} - x_n$, ins Verhältnis gesetzt zur Theoretisch möglichen Anreicherung oder Verarmung $y_n'' - y_{n-1}$ bzw. $x_{n+1} - x_{n+1}''$, wird als Bodenverstärkungsverhältnis s definiert. Bezogen auf die Dampfphase ist

$$s_y = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n'' - y_{n-1}} \quad (19)$$

Bezogen auf die Flüssigkeitsphase ist

$$s_x = \frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_{n+1}''} \quad (19a)$$

Als Kolonnenverstärkungsverhältnis \bar{s} wird das Verhältnis der theoretischen zur praktischen Bodenzahl bezeichnet:

$$\bar{s} = \frac{n_{th}}{n_{pr}} \quad (20)$$

Zwischen dem Kolonnenverstärkungsverhältnis \bar{s} und dem Bodenverstärkungsverhältnis s besteht die Beziehung

$$\bar{s} = \frac{\ln 1 + s (1/\lambda - 1)}{\ln (1/\lambda)} \quad (21)$$

wenn man die Gleichgewichtskurve durch eine Gerade mit der Steigung m ersetzt. Die in der Gleichung (21) auftretende Größe $y = m/F/D$ wird als stripping-Faktor bezeichnet.

In den Abb. (13, 14, 15) ist das Leistungsverhalten der NORMAG-Glockenbodensäulen (50 mm Dmr., 10 praktische Böden) am Beispiel der atmosphärischen Rektifikation der Testgemische *n*-Heptan-Toluol und Tetrachlorkohlenstoff-Benzol,

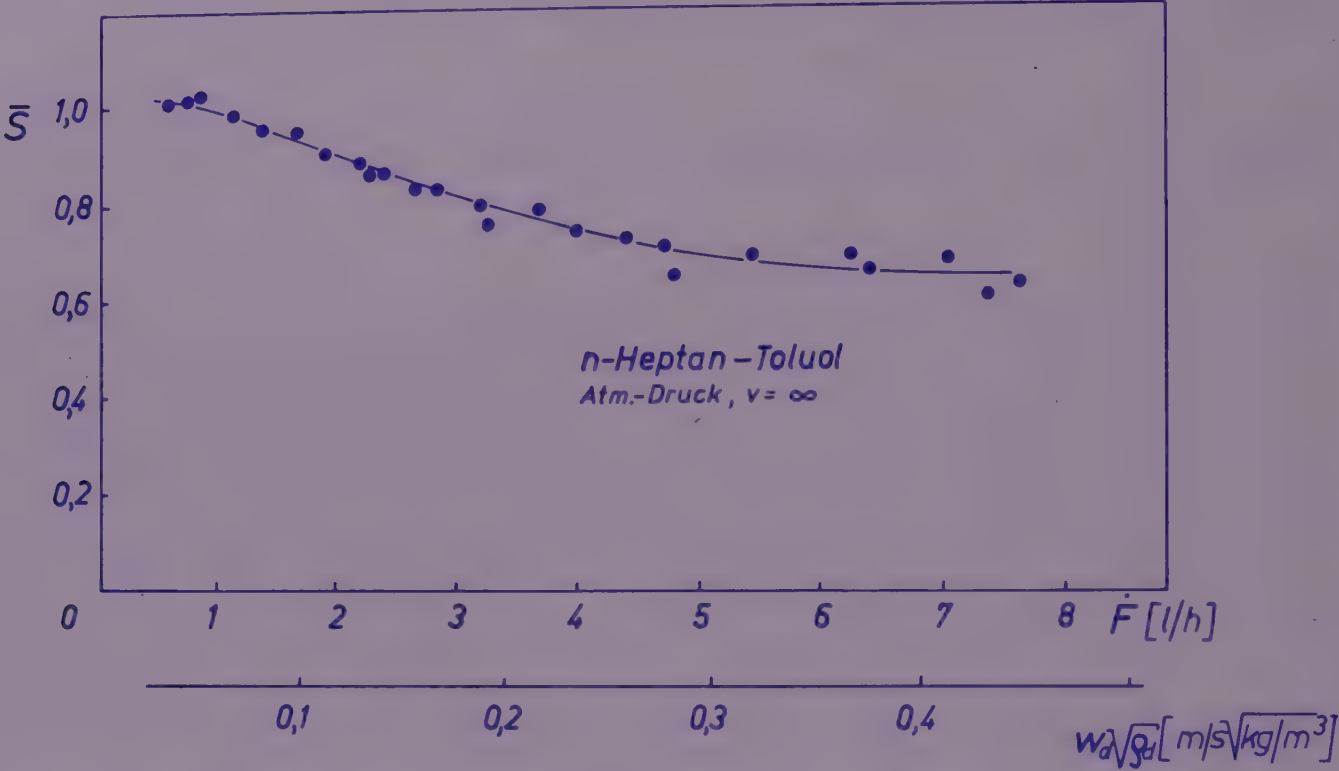


Abb. 13: Belastungskurve der NORMAG-Glockenbodensäule (50 mm Dmr., 10 Böden) f. d. Testgemisch *n*-Heptan-Toluol

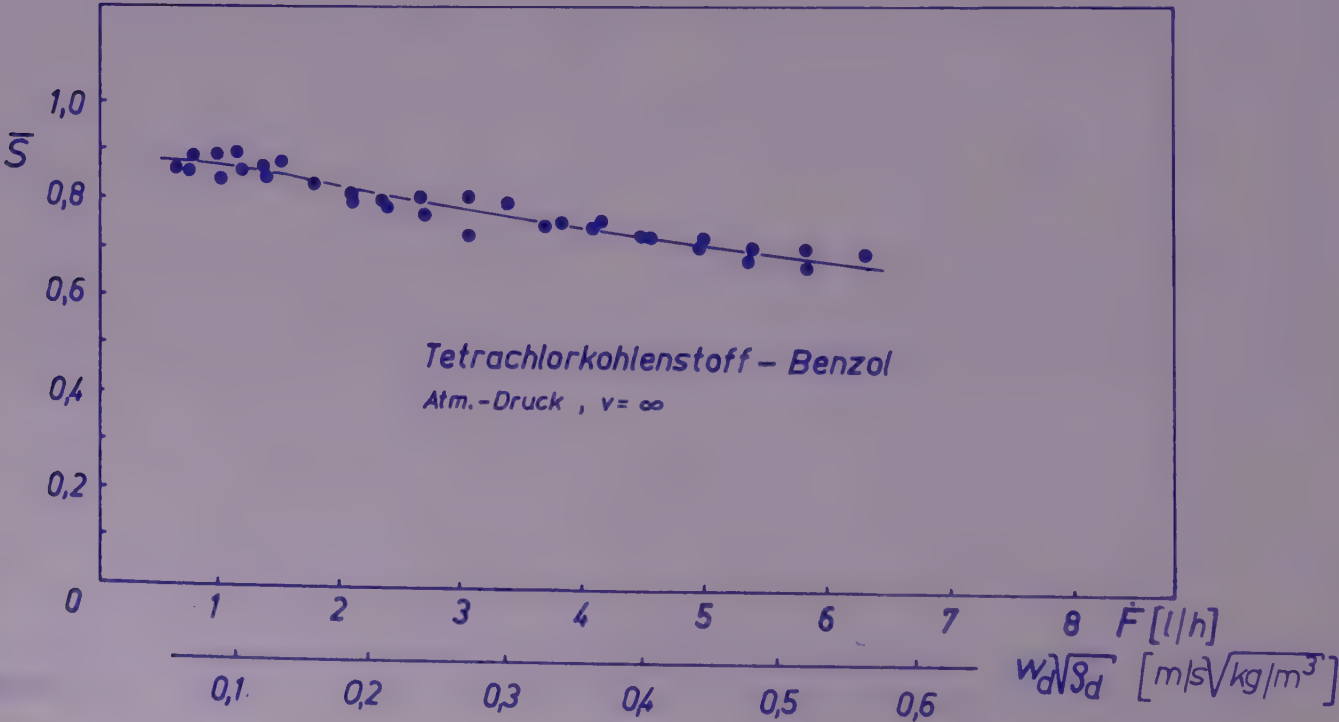


Abb. 14: Belastungskurve der NORMAG-Glockenbodensäule (50 mm Dmr., 10 Böden) für das Testgemisch Tetrachlorkohlenstoff-Benzol

durchgeführt bei $v = \infty$, dargestellt*). Die Belastungskurven in den Abb. 13 und Abb. 14 zeigen einen großen stabilen Arbeitsbereich, in dem das Kolonnenverstärkungsverhältnis nahezu belastungsunabhängig ist. Die obere Belastungsgrenze, gekennzeichnet durch ein verstärktes Ansteigen des Druckverlustes infolge Aufstauens der Flüssigkeit auf den Böden durch den Dampf (vgl. Abb. 15), liegt bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,28 m/s, bezogen auf die Verhältnisse am Säulenkopf. Dies entspricht einer Rücklaufbelastung von 8 l/h.

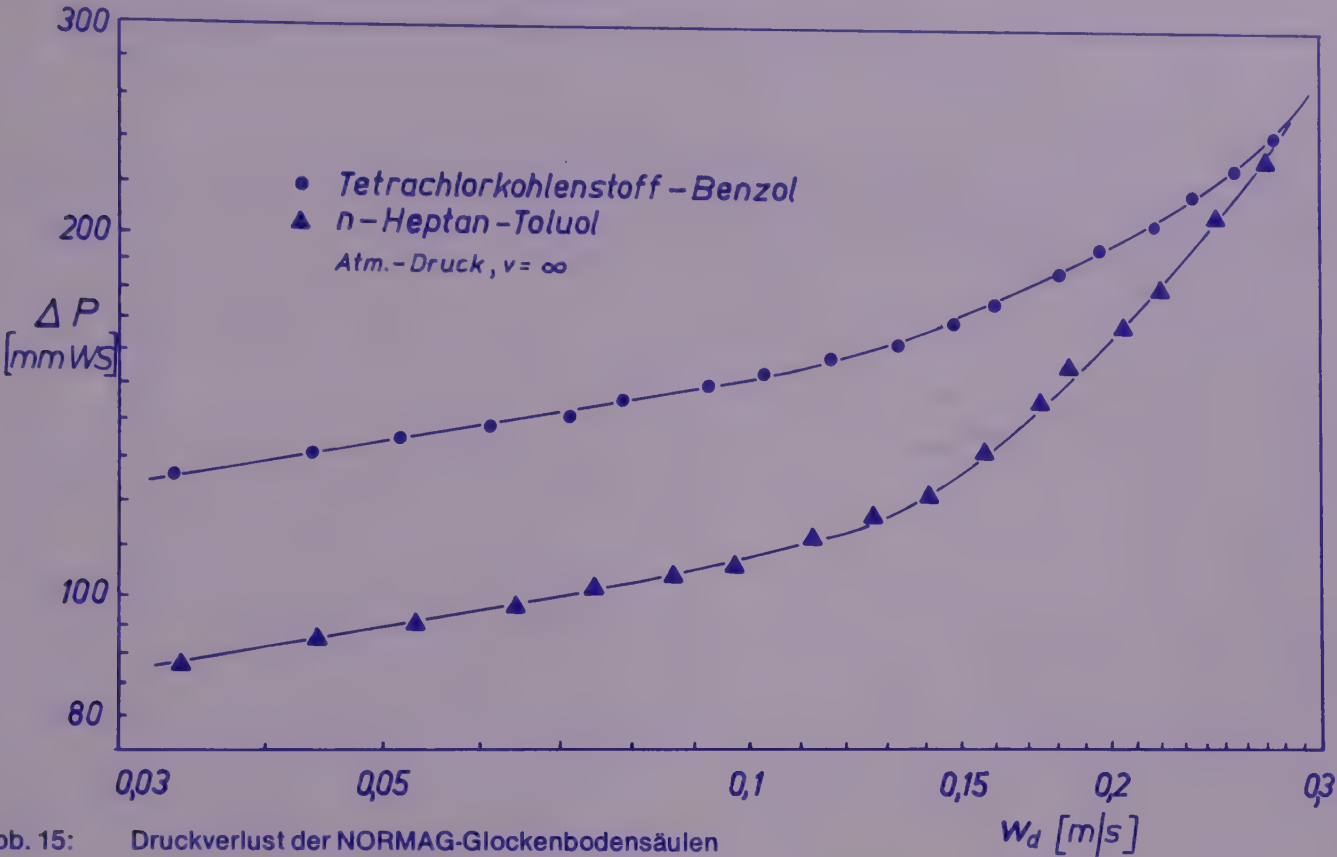


Abb. 15: Druckverlust der NORMAG-Glockenbodensäulen

Der Begriff des theoretischen Bodens wird rein formal auch auf Füllkörpersäulen angewendet. Der HETP-Wert

$$\text{HETP} = \frac{H}{n_{th}} \quad [\text{m}] \quad (22)$$

gibt an, welche Füllkörperschütthöhe H dieselbe Wirkung hat wie ein theoretischer Boden. Da der Stoffaustausch in Schüttschichten jedoch nicht stufenweise, sondern kontinuierlich abläuft, ist der sog. HTU-Wert zur Kennzeichnung der Trennwirkung von Füllkörpersäulen physikalisch sinnvoller.

$$\text{HTU} = \frac{H}{\text{NTU}} \quad [\text{m}] \quad (23)$$

Die Definition für NTU (Anzahl der Übergangseinheiten) folgt aus einer Bilanzbetrachtung an einem, aus einer Füllkörperschüttung herausgeschnittenen Volumenelement der Höhe dH (vgl. Abb. 16): Für das Leichtersiedende gilt

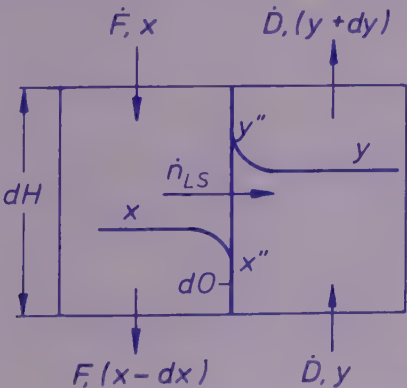


Abb. 16: Stoffaustausch in einer Füllkörpersäule

*) Die Versuche wurden am Institut für Thermische Verfahrenstechnik der Universität Karlsruhe durchgeführt. Siehe auch Seite 35.

$$\begin{aligned} \dot{n}_{LS} &= \dot{F} \cdot dx = n_f \beta_f dO (x - x'') \\ \dot{n}_{LS} &= \dot{D} \cdot dy = n_d \beta_d dO (y'' - y) \end{aligned} \quad (24)$$

und man erhält

$$\begin{aligned} \frac{n_f \beta_f O}{\dot{F}} &= \int \frac{dx}{x - x''} = NTU_f = N_f \\ \frac{n_d \beta_d O}{\dot{D}} &= \int \frac{dy}{y'' - y} = NTU_d = N_d \end{aligned} \quad (25)$$

Hierin bedeuten n_d und n_f die molaren Dichten von Dampf \dot{D} und Flüssigkeit \dot{F} , β_d und β_f die dampf- und flüssigkeitsseitigen Stoffübergangszahlen, O die Stoffaustauschfläche und x, y bzw. x'', y'' die Konzentrationen im Flüssigkeits- und Dampfkern bzw. an der Phasengrenzfläche.

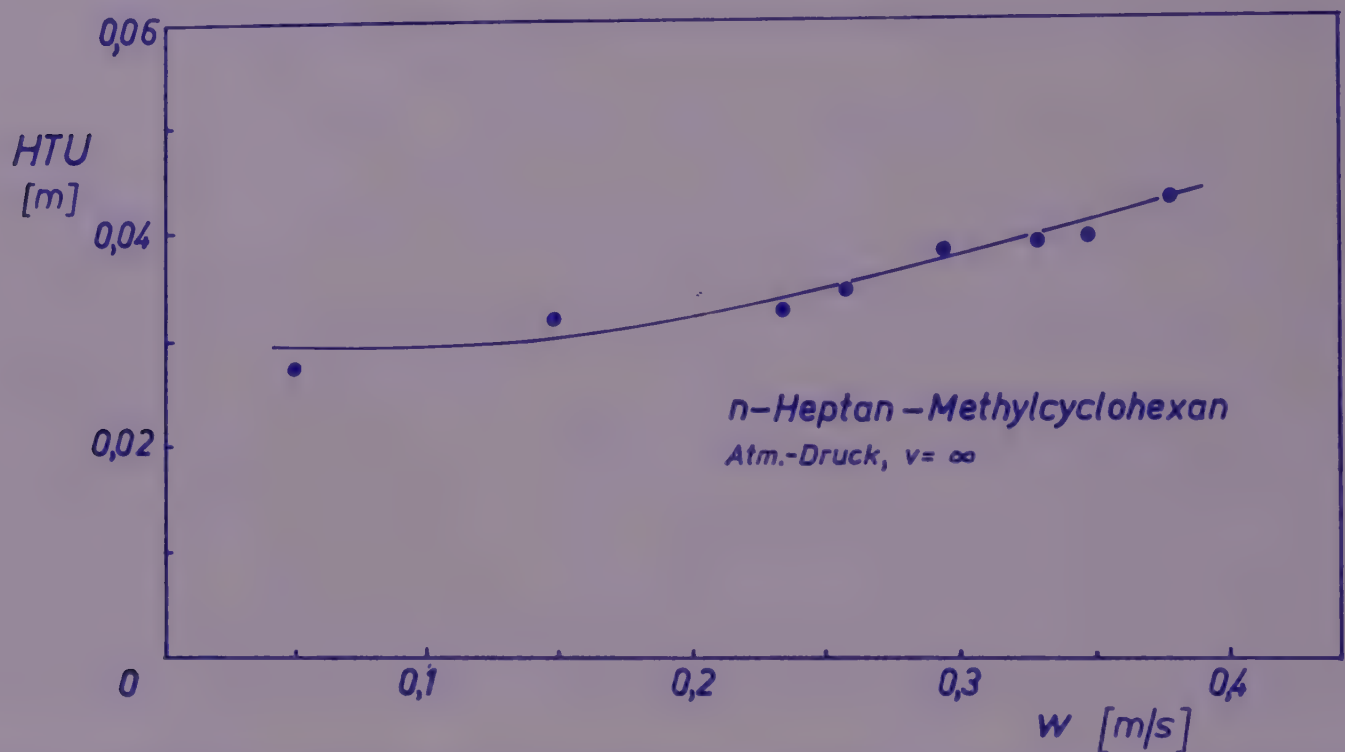


Abb. 17: Belastungskurve einer Füllkörpersäule (30 mm Dmr., 600 mm Schütthöhe) mit 3 mm Maschendrahringen für das Testgemisch n-Heptan-Methylcyclohexan

In Abb. 17 ist die Belastungskurve einer Füllkörpersäule von 30 mm Dmr. mit einer 0,6 m hohen Schüttung aus 3 mm Maschendrahringen für das Testgemisch n-Heptan-Methylcyclohexan wiedergegeben.

Die in den Abb. 13, 14 und 17 mitgeteilten Daten geben Anhaltspunkte für den Einsatz von Glaskolonnen, speziell NORMAG-Kolonnen, im Rektifizierbetrieb.

3. Berechnung der Belastbarkeit und der Trennwirkung von Labor-Bodenkolonnen.

Die Grenzbelastung einer Rektifiziersäule und das Verstärkungsverhältnis eines Rektifizierbodens lassen sich m. E. theoretisch vorausberechnen.

Die zulässige Dampfgeschwindigkeit w_d ist im wesentlichen eine Funktion des Dichteverhältnisses ρ_l/ρ_d der Flüssigkeits- und Dampfphase, des Abstandes zwischen den Böden H , sowie des Glockendurchmessers d bei Glockenböden, bzw. Lochdurchmessers d bei Siebböden. Für diese Einflußgrößen wurde folgender empirischer Zusammenhang gefunden⁹⁾:

$$w_d \approx d - 0,2 \sqrt{\frac{\rho_l}{\rho_d} g \cdot H} \quad [\text{m/s}] \quad (26)$$

Der dimensionsbehaftete Proportionalitätsfaktor hängt von den konstruktiven Gegebenheiten des Bodens ab und liegt für die Verhältnisse der NORMAG-Glockenbodensäulen in der Größenordnung von 1.

Das Verstärkungsverhältnis eines Rektifizierbodens wird entscheidend beeinflusst vom hydrodynamischen Zustand der Phasen auf dem Boden. In Laborkolonnen ist wegen der kleinen Flüssigkeitswege zwischen den Wehren die Annahme gerechtfertigt, daß die Flüssigkeit auf einem Boden vollständig rückvermischt ist und der Dampf pfropfenförmig strömt. In diesem Falle läßt sich auf der Grundlage der Zweifilmtheorie die Beziehung

$$s_y = 1 - \exp(-N_D) \quad (27)$$

ableiten, in der

$$\frac{N_d}{1 + \lambda \cdot N_d/N_f} = N_D \quad (28)$$

gesetzt ist. Bei einer Überprüfung dieser Beziehung mit gemessenen und aus der Literatur bekannten Verstärkungsverhältnissen wurde festgestellt, daß die Anzahl N_d und N_f der dampf- und flüssigkeitsseitigen Übertragungseinheiten (definiert durch [25]) bei kleinen Kolonnen im stabilen Arbeitsbereich nahezu konstant sind ¹⁰⁾. Mit den durch Ausgleichsrechnung gefundenen Werten

$$\begin{aligned} 1 < N_d < 2 \\ 0,15 < N_d/N_f < 0,25 \end{aligned}$$

kann das Bodenverstärkungsverhältnis von Laborkolonnen nach (27) in guter Näherung für beliebige Zweistoffgemische oder binär behandelte Mehrstoffgemische vorausberechnet werden.

4. Betrieb von Labor-Rektifizierkolonnen.

Die für den Betrieb von kontinuierlich oder diskontinuierlich arbeitenden Rektifiziersäulen wichtigste Größe ist das Rücklaufverhältnis $v = \dot{F}/\dot{E}$. Es kann theoretisch alle Zahlenwerte zwischen den Grenzfällen $v = 0$ (Destillierbetrieb, die Betriebslinie verläuft im Gleichgewichtsdiagramm horizontal) und $v = \infty$ (Rektifizierbetrieb ohne Erzeugnisentnahme, die Betriebslinie fällt mit der Diagonalen im Gleichgewichtsdiagramm zusammen) annehmen. Damit die rektifikative Trennung eines Gemisches mit einer endlichen Stufenzahl möglich ist, muß das Rücklaufverhältnis jedoch mindestens so groß sein, daß z. B. bei der absatzweisen Rektifikation der aus der Blase aufsteigende Dampf mit y_B Leichtersieder noch eine Anreicherung gegenüber der Blasenflüssigkeit mit x_B aufweist. Dies wäre nicht der Fall, wenn, wie in Abb. 18 gezeigt ist, die Betriebslinie durch den Gleichgewichtspunkt (x_B, y_B) gehen würde. Das dieser Betriebslinie mit der Steigung $(\dot{F}/\dot{D})_{\min}$ zugeordnete Rücklaufverhältnis $(\dot{F}/\dot{D} = \frac{v}{v+1})$ wird daher als Mindestrücklaufverhältnis v_{\min} bezeichnet. Es muß für jedes Trennproblem entsprechend dem Vorgehen in Abb. 18 ermittelt werden.

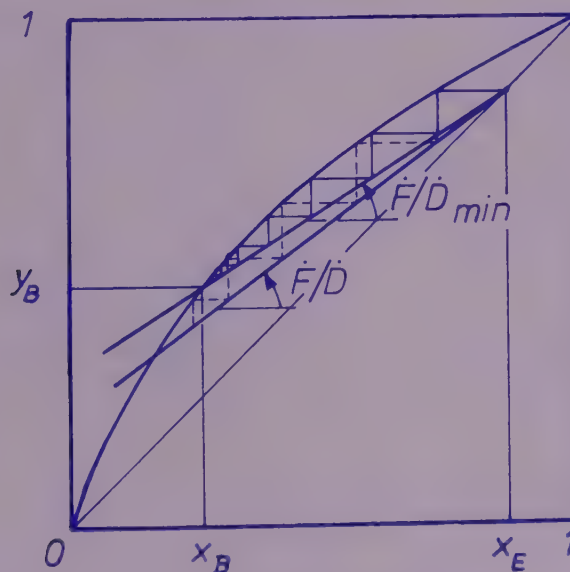


Abb. 18: Ermittlung des Mindestrücklaufverhältnisses

Bei der Wahl des Betriebsrücklaufverhältnisses $v = v_{\min} + \Delta v$ muß man einen Kompromiß schließen, da einerseits bei $\Delta v \rightarrow 0$ die Stufenzahl $\rightarrow \infty$ geht und damit der apparative Aufwand sehr groß wird, und andererseits bei $\Delta v \rightarrow \infty$ die Erzeugnismenge, d. h. die Ausbeute, $\rightarrow 0$ geht. Da hierbei gleichzeitig ein Vielfaches der Erzeugnismenge in der Säule im Kreislauf geführt, d. h. ständig verdampft und kondensiert werden muß, werden in diesem Falle die Betriebskosten sehr groß. Im Gegensatz zum großtechnischen Betrieb spielen im Labor die Betriebskosten in der Regel eine untergeordnete Rolle, während der apparative Aufwand meist klein gehalten werden soll. Daher werden im Laborbetrieb zumeist große Verstärkungsverhältnisse ($10 < v < 100$) gefahren.

Beim absatzweise betriebenen Rektifizierapparat ist zu beachten, daß sich die Konzentrationsverhältnisse in der Rektifiziersäule zeitlich verändern. In diesem Falle bieten sich zwei verschiedene Rücklaufstrategien an. Entweder man paßt das Rücklaufverhältnis der sinkenden Blasenkonzentration x_B entsprechend so an, daß die Erzeugniskonzentration x_E während der gesamten Destillationsdauer konstant bleibt, oder man arbeitet bei konstantem Rücklaufverhältnis und erhält dann eine mit der Betriebszeit sinkende Erzeugniskonzentration.

Wie sich bei festhaltender Erzeugniskonzentration x_E die Erzeugnismenge E mit dem Rücklaufverhältnis $v = v(x_B)$ ändert, ergibt sich aus einer Massen- und Wärmebilanz zu

$$\dot{E} = \frac{\dot{Q}_H}{H_{vE}} \cdot \frac{1}{1 + v(x_B)} \tag{29}$$

wobei vorausgesetzt ist, daß die in der Blase zugeführte Heizleistung \dot{Q}_H zeitlich konstant und gleich der am Säulenkopf im Dampf D auftretenden Wärmemenge $\dot{D} \cdot H_{vE}$ sei. H_{vE} ist die Verdampfungswärme des Erzeugnisses (vgl. Abb. 19). Mit (29) folgt schließlich aus einer weiteren Bilanzbetrachtung die Beziehung

$$t = -B_1 \frac{H_{vE}}{\dot{Q}_H} (x_E - x_{B1}) \int_{x_{B1}}^{x_B} \frac{1 + v(x_B)}{(x_E - x_B)^2} dx_B, \tag{30}$$

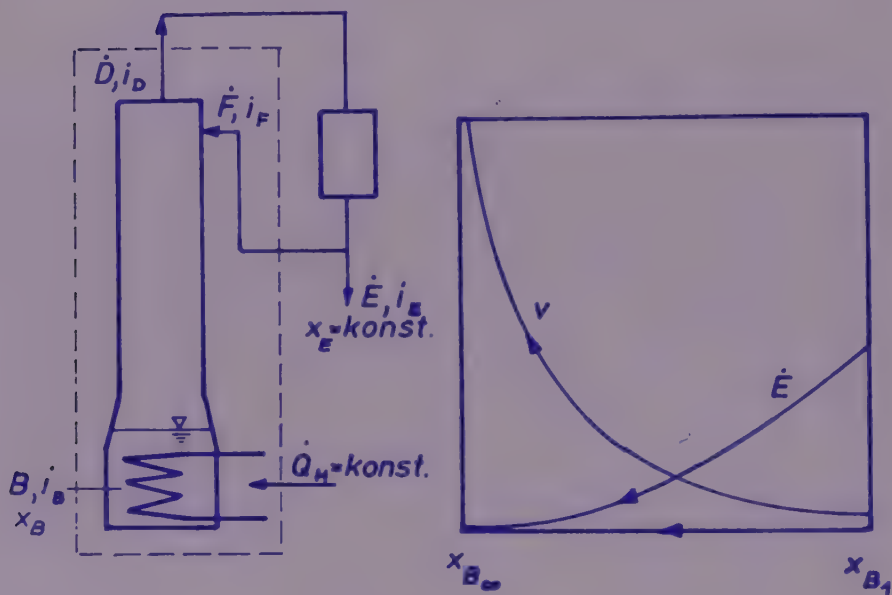


Abb. 19: Absatzweise Rektifikation

aus der die zur Aufkonzentrierung $(x_E - x_{B1})$ eines Ausgangsgemisches B_1 erforderliche Rektifizierzeit t berechnet werden kann.

Zur Durchführung der möglichen Rücklaufstrategien im Labor sind heute elektronisch gesteuerte Rücklaufteiler (z. B. NORMATRON 75 bzw. MIKROMAT III) verfügbar, mit deren Hilfe ein automatischer Kolonnenbetrieb möglich ist.

Literaturverzeichnis

- 1) Håla, E. u. a.: Gleichgewicht Flüssigkeit—Dampf, Akademie-Verlag, Berlin: 1960.
- 2) Kellogg-Company: Liquid-vapor-equilibrium in mixtures of light hydrocarbons, Bd. 1: Equilibrium constants, Bd. 2: 1950, Fugacity charts, Kellogg-Company.
- 3) Ju Chin Chu: Vapor-liquid-equilibrium data. Ann Arbor Michigan 1956.
- 4) Landolt-Börnstein: Eigenschaften der Materie in ihren Aggregatzuständen, 2. Teil, Bandteil a, Gleichgewichte Dampf/Kondensat und osmotische Phänomene, Springer-Verlag, Berlin—Göttingen—Heidelberg 1960.
- 5) Kogan, W. B. und W. M. Fridman: Handbuch der Dampf-Flüssigkeits-Gleichgewichte, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin 1961.
- 6) Håla, E. u. a.: Vapor liquid equilibrium data at normal pressures, Pergamon Press, London: 1968.
- 7) McCabe-Thiele, Ind. Engng. Chem. 17 (1925), 605.
- 8) Fenske, M. R., Ind. Engng. Chem. 24 (1932), 482.
- 9) Kirachbaum, E.: Destillier- und Rektifiziertchnik, 4. Aufl. Springer-Verlag Berlin—Heidelberg—New York: 1969.
- 10) Hübner, W. u. E. U. Schlönder: Int. Sympos. Distillation, Brighton, 1969.





**Füllkörper-,
Vigreux-
Kolonnen**

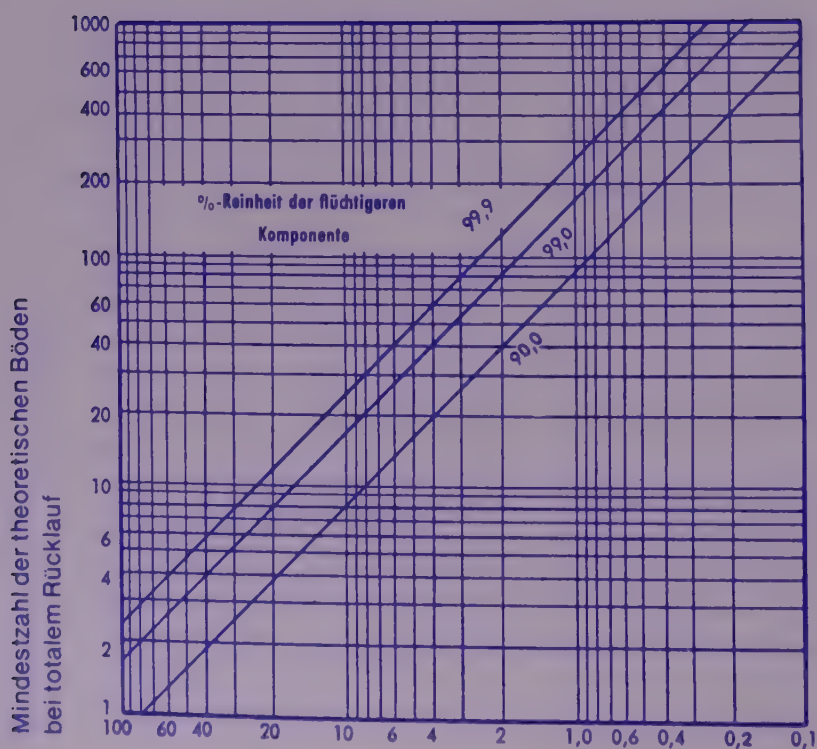


Abb. 20: Siedepunktdifferenz der Komponenten in C°

Die Trennwirkung einer gegebenen Kolonne ist zum großen Teil abhängig von der Art der verwendeten Füllkörper (z. B. Raschigringe, Braunschweiger Wendeln, Maschendrahrtringe, V4A-Wendeln etc., vgl. das Angebot der Fa. Vereinigte Füllkörperfabriken [vormals Schliebs & Co.], Baumbach/Westerwald).

Das nebenstehende Diagramm gibt einen Anhalt, welche Bodenzahlen zur Trennung eines binären, äquimolaren, idealen Gemisches bei verschiedener Anforderung an die Reinheit der flüchtigeren Komponente erforderlich sind (nach L. B. Bragg, J. W. Lewis, World Petroleum 14, 61).

Die Zahlen sind demnach untere Grenzwerte.

Vakuummantel-Füllkörperkolonnen

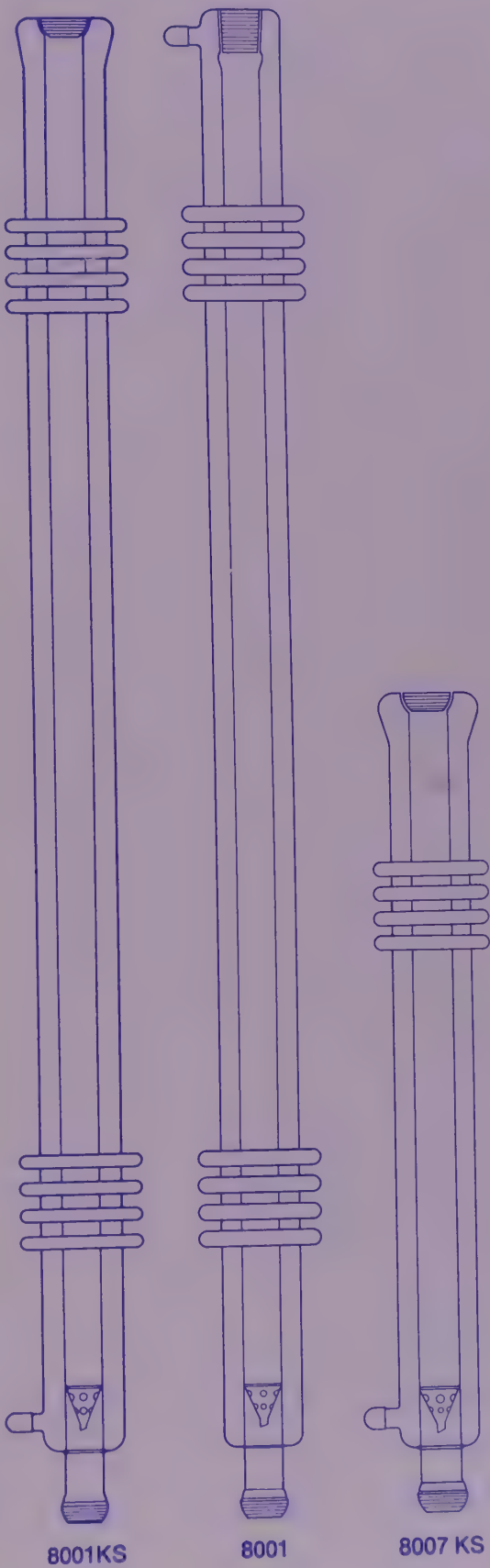
mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel (10^{-6} Torr), Dehnungsbalgen und Sichtstreifen. Die mit „KS“ bezeichneten Kolonnen sind **beidseitig** mit Kugelschliffen ausgerüstet. Die obere Schale ist in den Vakuummantel einbezogen. Es besteht die Möglichkeit, auch den Basisschliff der Kolonnen zu ummanteln*). Eine solche Maßnahme erweist sich dann als nötig, wenn unter weitgehend adiabatischen Verhältnissen destilliert werden soll. Bei der Wahl des Basisschliffes ist unbedingt wichtig, das Verhältnis des freien Querschnitts der gewählten Kolonne zum freien Querschnitt des ummantelten Schliffes zu beachten!

Kugelschliff	Freier Querschnitt [mm ²]	
	nicht ummantelt	ummantelt
KSK 55	1100	450
KSK 75	2100	1350

Die Kolonnenkugelschliffe sind nach dem metrischen System geschliffen. **Kolonnen mit Zollschliffen werden auf Wunsch zu gleichen Preisen gefertigt.**

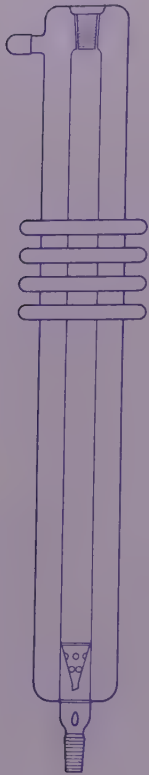
Die nachstehend angegebenen Kolonnen-Dimensionierungen entsprechen weithin den praktischen Erfordernissen, können aber auf Wunsch geändert werden.

	Kopfschliff	innerer ø	Füllhöhe	Basisschliff
		[mm]	[mm]	
8007/20a	NSH 29	30	200	KSK 35
8007/20a KS	KSS 35	30	200	KSK 35
8006/30a	NSH 29	30	300	KSK 35
8006/30a KS	KSS 35	30	300	KSK 35
8006/50a	NSH 29	30	500	KSK 35
8006/50a KS	KSS 35	30	500	KSK 35
8005/60a	NSH 29	30	600	KSK 35
8005/60a KS	KSS 35	30	600	KSK 35
8004/80a	NSH 29	30	800	KSK 35
8004/80a KS	KSS 35	30	800	KSK 35
8003/100a	NSH 29	30	1000	KSK 35
8003/100a KS	KSS 35	30	1000	KSK 35
8002/120a	NSH 29	30	1200	KSK 35
8002/120a KS	KSS 35	30	1200	KSK 35
8001/150a	NSH 29	30	1500	KSK 35
8001/150a KS	KSS 35	30	1500	KSK 35
8045/60 KS	KSS 55	50	600	KSK 55
8045/80 KS	KSS 55	50	800	KSK 55
8045/100 KS	KSS 55	50	1000	KSK 55
8045/120 KS	KSS 55	50	1200	KSK 55
8060/100a KS	KSS 55	65	1000	KSK 55
8060/100c KS	KSS 55	65	1000	KSK 75
8060/150b KS	KSS 55	65	1500	KSK 55
8060/150c KS	KSS 55	65	1500	KSK 75
8070/150 KS	KSS 75	65	1500	KSK 75



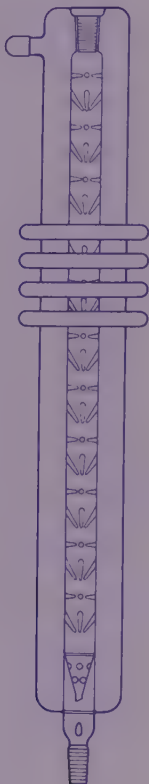
*) s. S. 28

Mikro-Kolonnen



8030

8040



8035

8041

8030 Vakuummantel-Füllkörperkolonne, silberspiegelt

Basisschliff NSK 14, Kopfschliff NSH 14

Innerer Durchmesser 15 mm

Füllhöhe 200 300 400 500 mm

8040 Vakuummantel-Füllkörperkolonne, silberspiegelt

Basisschliff NSK 19, Kopfschliff NSH 19 - halbmikro -

Innerer Durchmesser 20 mm

Füllhöhe 200 300 500 600 800 1000 mm

8035 Vakuummantel-Vigreux-Kolonne, silberspiegelt

Basisschliff NSK 14, Kopfschliff NSH 14

Innerer Durchmesser 15 mm

Wirksame Höhe 200 300 400 500 mm

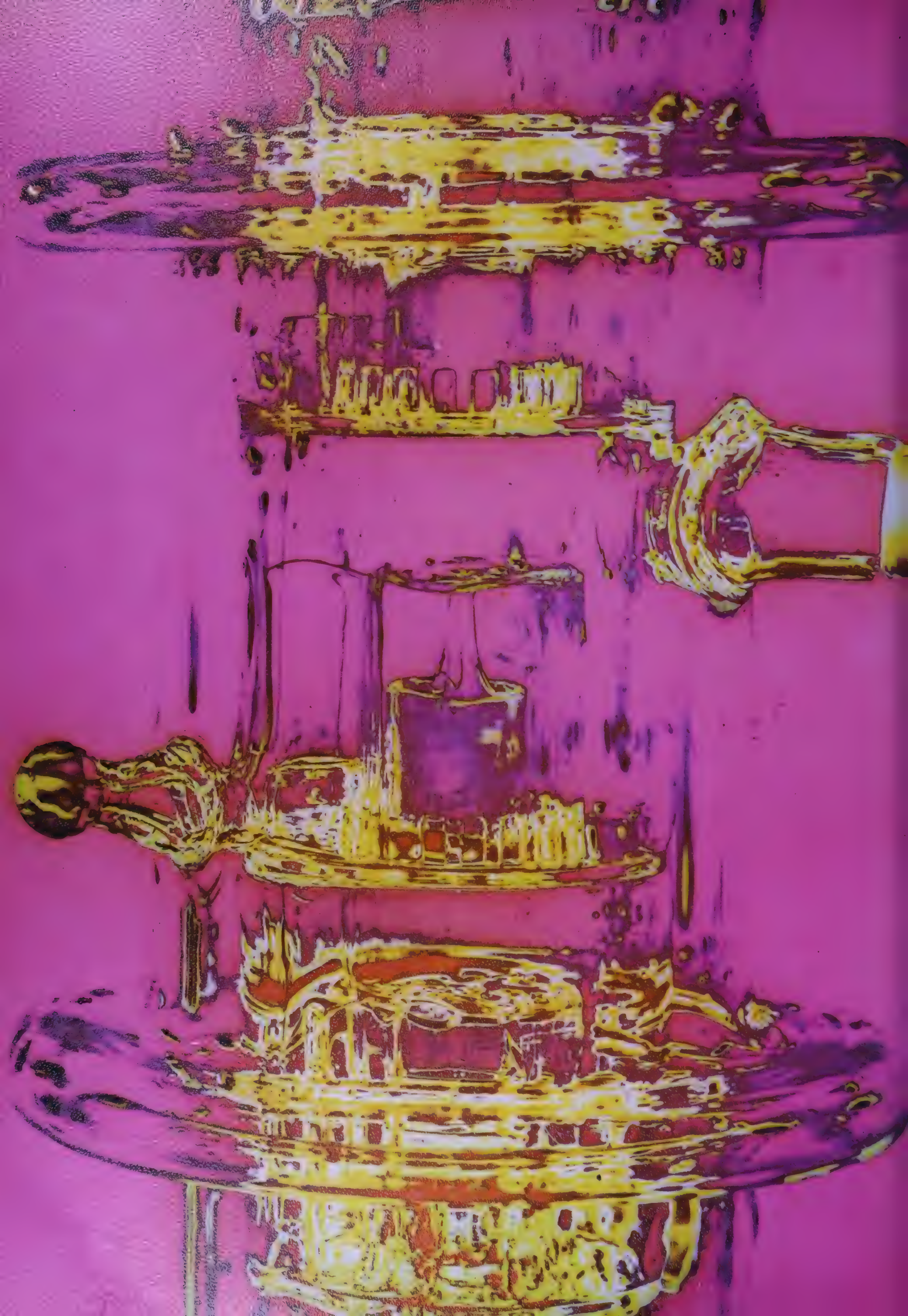
8041 Vakuummantel-Vigreux-Kolonne, silberspiegelt

Basisschliff NSK 19, Kopfschliff NSH 19 - halbmikro -

Innerer Durchmesser 20 mm

wirks. Höhe 200 300 500 600 800 1000 mm

Über Mikro-Kolonnen in kleineren Abmessungen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.





Glockenboden- Kolonnen

Glockenboden-Kolonnen

nach Schmickler und Dr. Fritz DBP 1598461
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel

Zur destillativen Trennung von Flüssigkeitsgemischen werden in der Technik im größten Maßstab Glockenbodenkolonnen eingesetzt. Nur diese genügen den Anforderungen — hoher konstanter Wirkungsgrad über einen großen Belastungsbereich, gute Dampf- und Flüssigkeitsführung, geringer Druckverlust —, die an eine gute Gegenstromkolonne für kontinuierlichen Betrieb gestellt werden müssen.

Die im Laboratorium weithin üblichen Füllkörperkolonnen weisen eine Abhängigkeit der Wirksamkeit von der Art der Füllkörper, deren Benetzbarkeit und von der Belastung auf. Bei einmaligen Trennaufgaben spielt das eine geringe Rolle, sehr wohl aber bei bleibenden Trennaufgaben, bei denen ein hoher Reinheitsgrad der Destillate erzielt werden soll; bei Vergleichsdestillationen und bei der Aufgabe, die im Laboratorium gewonnenen Destillationsergebnisse ins Halbtechnische oder Technische zu übertragen.

Ein weiterer Vorteil von Glockenbodenkolonnen mit einem hohen Kamin liegt darin, daß der einmal eingestellte Gleichgewichtszustand (Konzentrationsprofil) auch bei Unterbrechung der Destillation — z. B. bei Abschaltung der Destillationsapparatur über Nacht oder bei einer Betriebsstörung — weitestgehend erhalten bleibt. Bei erneutem Anfahren der Kolonne ist der Gleichgewichtszustand in der Kolonne schnell wieder erreicht, was eine ziemliche Zeitersparnis bedeutet. Die Zu- und Abläufe der einzelnen Böden sind nicht mehr — wie bisher üblich — diagonal, sondern — nur durch ein festverschmolzenes Glaswehr getrennt — parallel angeordnet (s. Abb. 1 und 2).

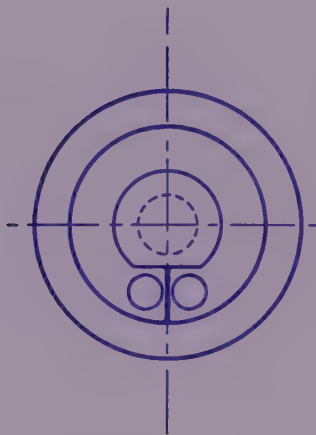


Abb. 1: Glasboden-Konstruktion
Maßstab 1:2

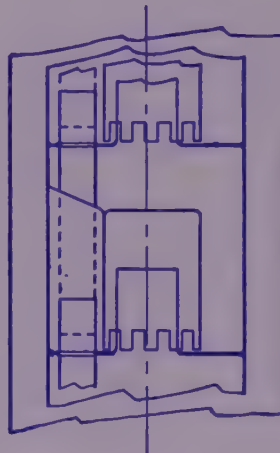


Abb. 2: Zu- und Abläufe sind durch ein Glaswehr getrennt
Maßstab 1:2

Dadurch wird eine optimale Flüssigkeitsführung (Gleichstromböden) und eine maximale Durchmischung der flüssigen mit der dampfförmigen Phase erzwungen, wobei jedoch eine sehr günstige Verweilzeitverteilung der flüssigen Phase erhalten bleibt.

Die Schlitz der Glocken sind einander weitestgehend identisch. Das ist für ein einwandfreies Arbeiten sämtlicher Böden in einer Kolonne — d. h. gleichmäßige Durchperlung der auf einem Boden stehenden Flüssigkeit — von größter Wichtigkeit. Die Glocken sind an der Seite des Zulaufes und des Ablaufes nicht geschlitzt, um einerseits das Aufsteigen des Dampfes durch das Ablaufrohr des nächsthöheren Bodens und andererseits ein Mitreißen der Dämpfe durch die abfließende Flüssigkeit zu vermeiden.

Durch die hochgezogene, oben abgeflachte Glocke wird erreicht, daß bei starker Durchperlung keine Flüssigkeit vom Zulauf zum Ablauf überspritzt und daß vom aufsteigenden Dampfstrom keine Flüssigkeit vom unteren zum oberen Boden mitgerissen wird. Die Isolierung der bisherigen Glockenbodenkolonnen erfolgte meist mit Heizschnur und Glaswolle, evtl. mit einem Metall-Heizmantel.

Solche Isolierungen sind bei den heutigen Anforderungen an exakte, reproduzierbare Destillationsergebnisse nicht ausreichend und erfordern zudem einen großen Zeitaufwand.

Durch Isolierung der neuentwickelten Glockenbodenkolonne mit dem altbewährten, silberspiegelten Hochvakuummantel (10^{-6} Torr Endvakuum) werden die erwähnten Schwierigkeiten beseitigt. Eine nahezu adiabatische Arbeitsweise (d. h. ohne Zufuhr und ohne Abführung von Wärme) wird dadurch bis herauf zu etwa 170°C gewährleistet.

Bei darüberliegenden Arbeitstemperaturen sollten die Kolonnen zusätzlich isoliert werden. Bei sehr hohen Arbeitstemperaturen um $250\text{--}300^{\circ}\text{C}$ muß unbedingt ein zusätzlicher Isoliermantel mit Kompensationsheizung vorgesehen werden.

Zur Ermittlung der theoretischen Bodenzahlen wurde ein Kolonnenschuß mit 10 praktischen Böden zur Test-Destillation eines Gemisches Chlorbenzol/Äthylbenzol sowohl unter Normaldruck als auch unter vermindertem Druck (50 Torr) eingesetzt*).

Bei der Auswertung der Testversuche mit den von HAWKINS und BRENT***) angegebenen Trennfaktoren wurden unwahrscheinlich hohe theoretische Bodenzahlen gefunden, die teilweise beträchtlich über einem Verstärkungsverhältnis von 1.0 lagen.

Eine Neu-Vermessung des Systems Chlorbenzol/Äthylbenzol durch die verfahrenstechnische Abteilung der Bayer AG, Leverkusen, ergab Diagramm Abb. 3.

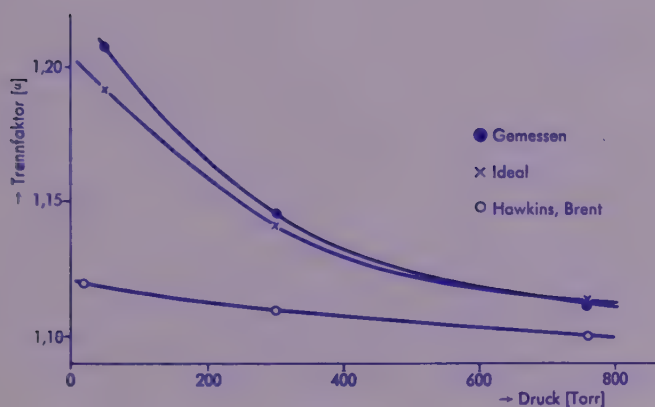


Abb. 3: Trennfaktoren in Abhängigkeit vom Druck, Testgemisch: Chlorbenzol—Äthylbenzol

Tatsächlich liegen die neugefundenen Trennfaktoren erheblich höher als die Literaturwerte, entsprechen aber weitgehend den berechneten, idealen Werten.

Sie wurden zur Ermittlung der theoretischen Bodenzahlen der angegebenen Testversuche verwendet: Belastbarkeit, Wirkungsgrad und Druckverlust pro Boden können aus nachstehenden Diagrammen Abb. 4 (Normaldruck) und Abb. 5 (50 Torr) entnommen werden.

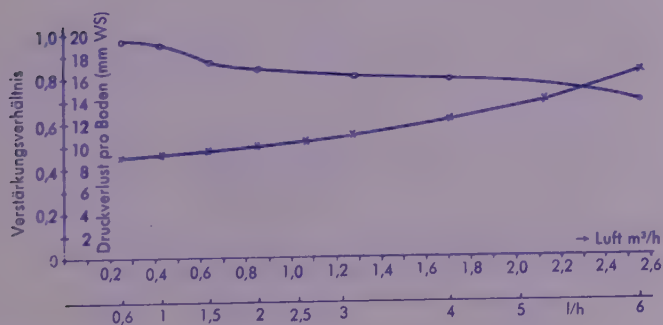


Abb. 4:

Testgemisch: Chlorbenzol — Äthylbenzol, Druck: 760 Torr, vollständiger Rücklauf.
Druckverlust und Wirkungsgrad (Verstärkungsverhältnis) eines vakuumgemantelten, silberspiegelten Glockenbodens nach Schmickler/Fritz (ø 50 mm) in Abhängigkeit von der Rücklaufbelastung in l/h (umgerechnet auf vergleichbare Luftmenge in m^3/h).

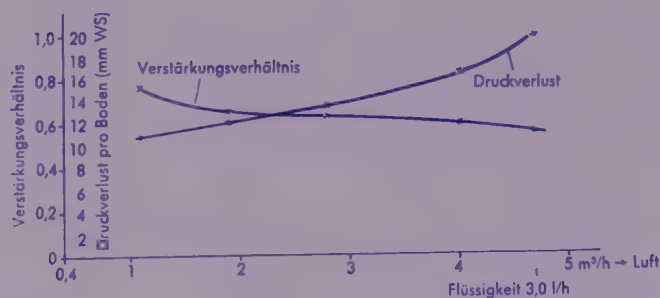


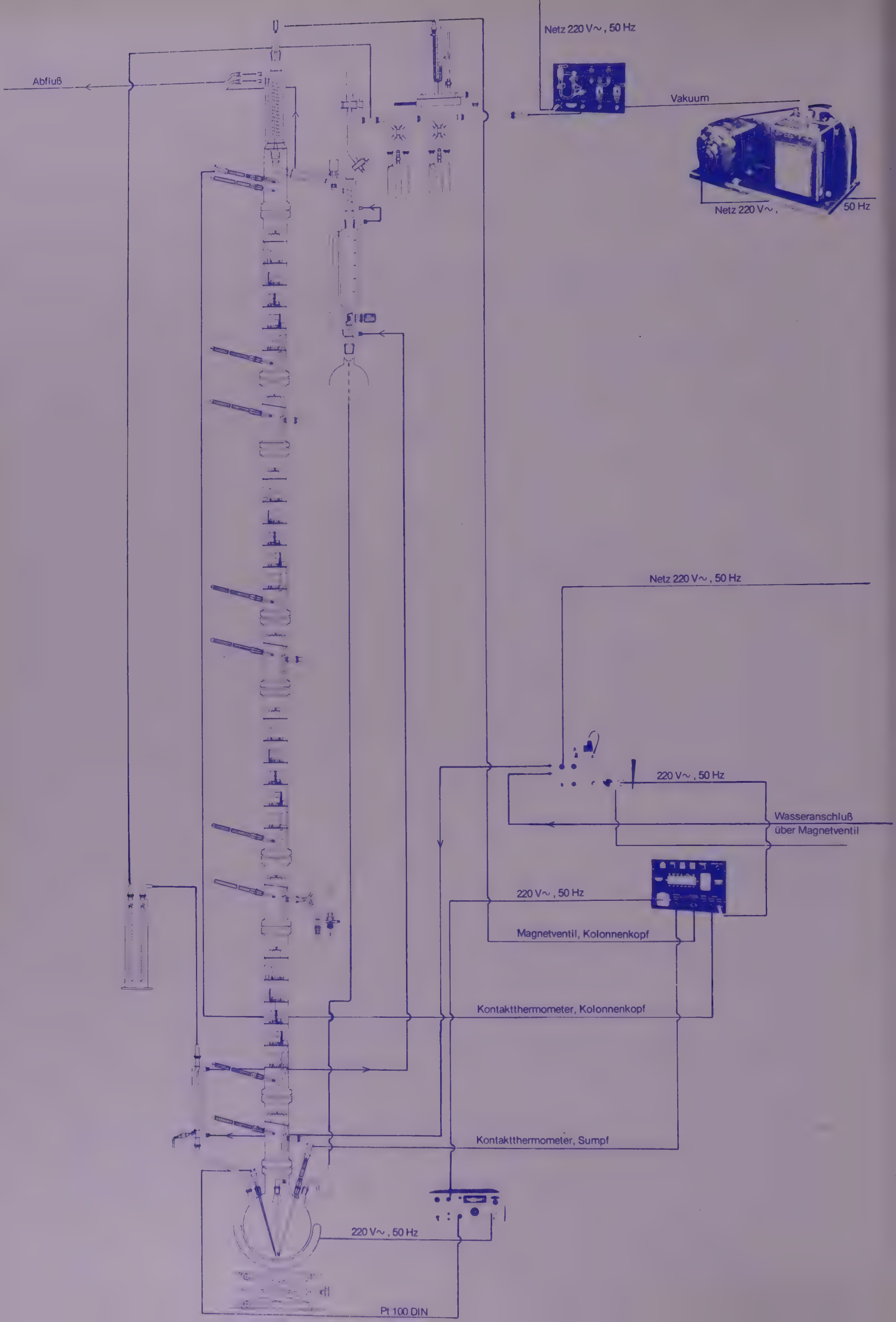
Abb. 5:

Testgemisch: Chlorbenzol—Äthylbenzol, Druck: 50 Torr, vollständiger Rücklauf.
Druckverlust und Wirkungsgrad (Verstärkungsverhältnis) eines vakuumgemantelten, silberspiegelten Glockenbodens nach Schmickler/Fritz (ø 50 mm) in Abhängigkeit von der Rücklaufbelastung in l/h (umgerechnet auf vergleichbare Luftmenge in m^3/h).

Die neue Glockenbodenkolonne mit ihrem beinahe konstanten, hohen Wirkungsgrad über einen relativ weiten Belastungsbereich und ihrem relativ geringen Druckverlust stellt also die fast ideale Kolonne zur Bewältigung der verschiedensten, eingangs schon teilweise erwähnten Labor-Destillationsaufgaben dar.

*) vgl. Ss. 18 und 19

**) Ind. Eng. Chem. 43 (1951) 2611



Glockenboden-Kolonnen

DBP 1598461

nach Schmickler und Dr. Fritz

8500 Glockenboden-Kolonne mit 10 prakt. Böden
mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel
und Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55 und ummanteltem
Kopfschliff KSS 55

8510 Glockenboden-Kolonne mit 5 prakt. Böden
mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel
und Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55 und ummanteltem
Kopfschliff KSS 55

8515 Glockenboden-Kolonne mit 3 prakt. Böden
mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel
und Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55 und ummanteltem
Kopfschliff KSS 55

8560 Glockenboden-Kolonne mit 10 prakt. Böden
ohne Vakuummantel,
mit Thermometerstutzen NSH 14, Basisschliff KSK 55
und Kopfschliff KSS 55

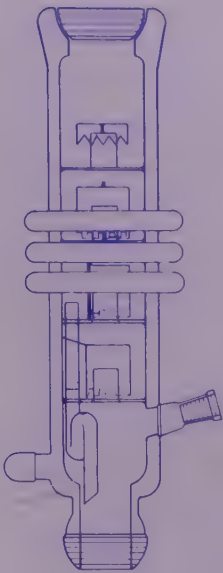
8570 Glockenboden-Kolonne mit 5 prakt. Böden
ohne Vakuummantel,
mit Thermometerstutzen NSH 14, Basisschliff KSK 55
und Kopfschliff KSS 55

8575 Glockenboden-Kolonne mit 3 prakt. Böden
ohne Vakuummantel,
mit Thermometerstutzen NSH 14, Basisschliff KSK 55
und Kopfschliff KSS 55

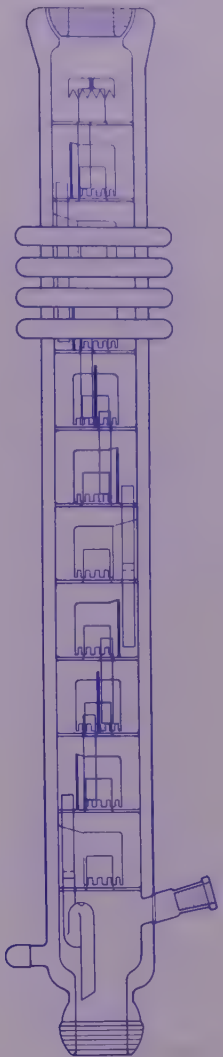
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°
Einbaulänge 60 mm

Für halbertechnische Anlagen stellen wir Glockenbodenkolonnen
mit einem Innendurchmesser von 80 mm her:

8580 Glockenboden-Kolonnen mit 10 praktischen Böden
mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel und
Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 75 und ummanteltem
Kopfschliff KSS 75



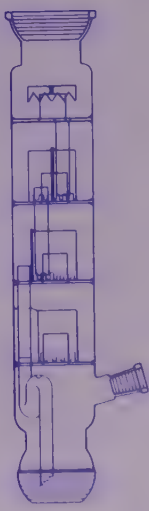
8515
Maßstab 1:6



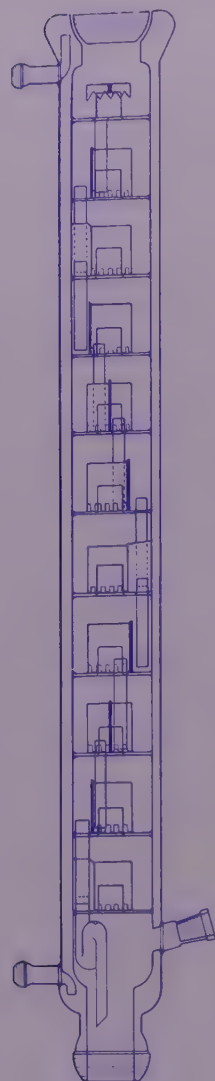
8500
Maßstab 1:6



8560
Maßstab 1:6

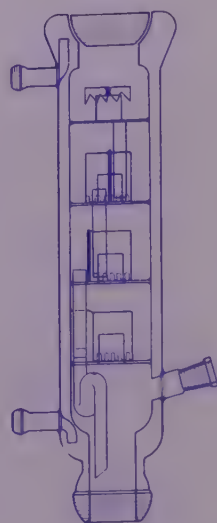


8575
Maßstab 1:6



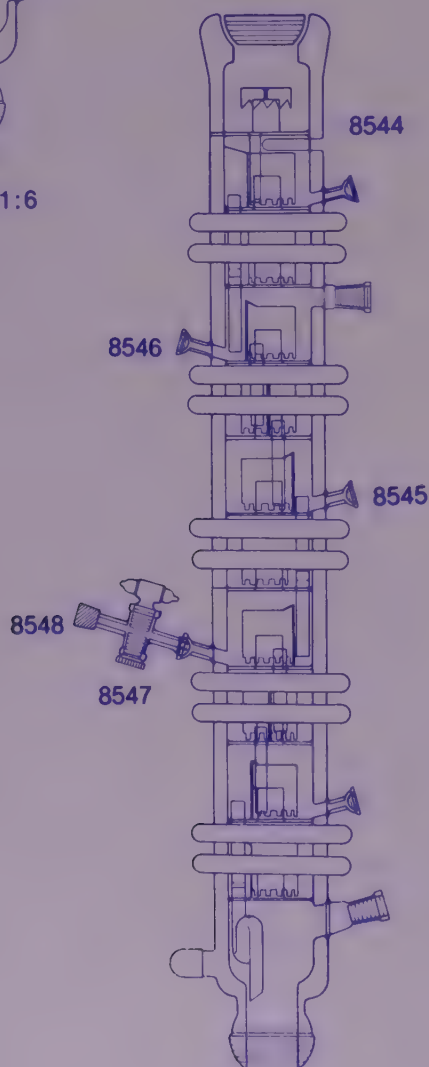
8530

Maßstab 1:6



8541

Maßstab 1:6



Maßstab 1:6

Glockenboden-Kolonne

DBP 1598461

nach Schmickler und Dr. Fritz

8530 Glockenboden-Kolonne mit 10 prakt. Böden
mit Temperiermantel
und Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55

8540 Glockenboden-Kolonne mit 5 prakt. Böden
mit Temperiermantel
und Thermometerstutzen NSH 14,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55

8541 Glockenboden-Kolonne mit 3 prakt. Böden
mit Temperiermantel
und Thermometerstutzen NSH 14
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55

Unter den folgenden Nummern können bestellt werden:

8544 Temperaturmeßtasche
für Widerstandsthermometer Pt 100
Meßteil 30 mm x 5 mm

8545 Temperaturmeßstutzen mit NSH 14
(Thermometereinbaulänge 60 mm)

8546 Probeentnahme-Kapillarstutzen mit KSS 12

8547 Normhahnstück mit KSK 12
(Normhahn NKS 2010 E, 3 NS)

8548 Silikongummikappe

7002 Kugelschliff-Klemme KS 12.

Test-Destillationen

von Mehrstoff- bzw. Vielstoff-Gemischen müssen messend verfolgt werden, da eine exakte rechnerische Erfassung derselben nicht mehr möglich ist. Es kann einerseits die Siedetemperatur, andererseits die Zusammensetzung der Dampf- bzw. der flüssigen Phase bestimmt werden.

Die Probe kann dabei jedoch grundsätzlich der flüssigen Phase entnommen werden, da die auf einem Boden stehende Flüssigkeit in ihrer Zusammensetzung der der Dampfphase des nächstunteren Bodens weitestgehend entspricht.

Ein Ausführungsbeispiel einer solchen Test-Kolonne zeigt die nebenstehende Abbildung.

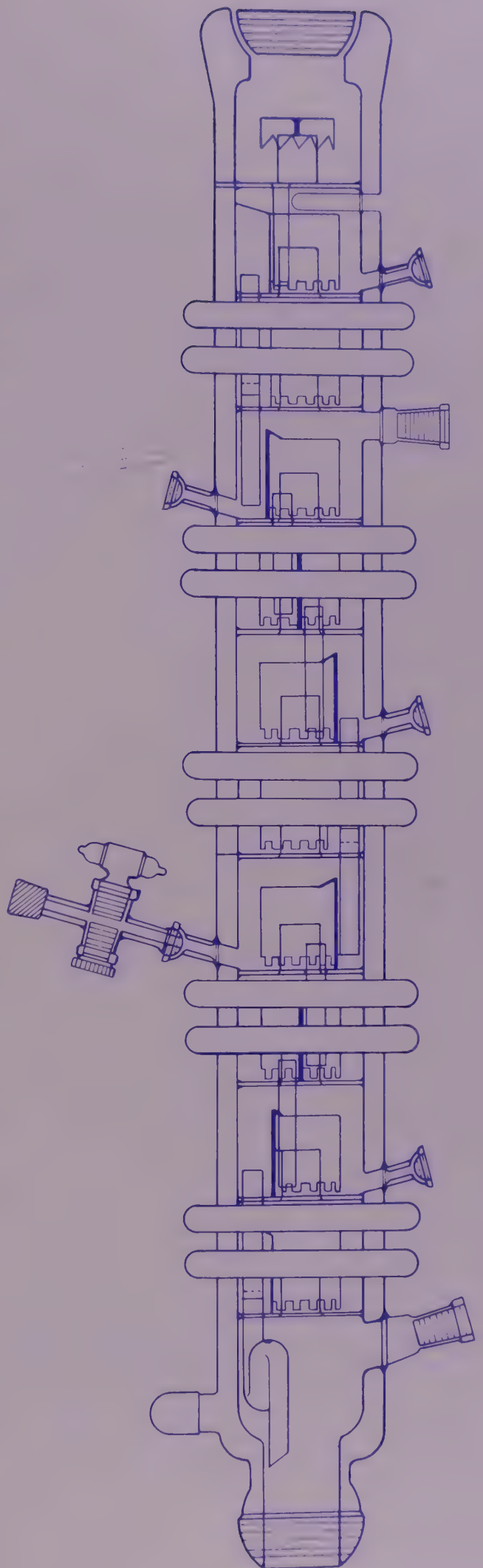
Die Probeentnahme-Kapillarstutzen führen direkt in die auf den Böden stehende Flüssigkeit. Die Stutzen sind mit Normhahnstücken über Kapillar-Kugelschliffverbindungen KS 12 verbunden. Auf das äußere Ende eines solchen Hahnstückes wird eine Silicongummikappe aufgesetzt. Mit einer Injektionsspritze lassen sich sowohl unter Normaldruck als auch unter Vakuum bequem geringste Substanzproben entnehmen, die sich z. B. gaschromatographisch leicht aufschlüsseln lassen.

Diese Methode bringt also den entscheidenden Vorteil der definierten Probe-Entnahme, da naturgemäß jeder nichtkontrollierte Eingriff eine empfindliche Störung des in der Kolonne herrschenden Siedegleichgewichtes darstellt.

Hier soll noch kurz auf die Möglichkeit hingewiesen werden, die Test-Kolonne über einen Temperaturmeßstutzen bzw. einen Probe-Entnahmestutzen in einfacher Weise, z. B. mittels einer Dosierpumpe zu speisen.

Da sich Meß- oder Entnahmestutzen auf beliebigen Böden anbringen lassen, ist es also möglich, mit einer solchen Test-Kolonne die optimalen Destillationsbedingungen eines vorliegenden Flüssigkeitsgemisches zu ermitteln.

Es muß jedoch darauf hingewiesen werden, daß jeder nach außen führende Stutzen Wärme aus der Kolonne ableitet, so daß durch zu viele Meßstutzen eine adiabatische Arbeitsweise nicht mehr gegeben ist. Sind viele Meßstutzen erforderlich, ist eine zusätzliche Isolierung bzw. Kompensationsheizung geboten.





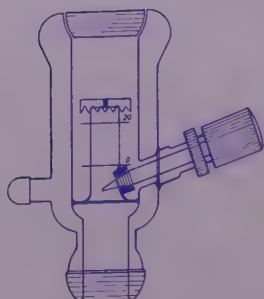


**Kolonnen-
Bauteile**

Rücklaufmesser

8600 Rücklaufmesser

mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel,
mit ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55
Als Absperrvorrichtung dient ein Glasnadelventil.

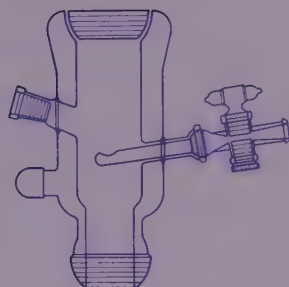


8600
Maßstab 1:6

Probeentnahmestück

8650 Probeentnahmestück

mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel,
mit Thermometerstutzen NSH 14,
ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55



8650
Maßstab 1:6

8650a Probenehmer

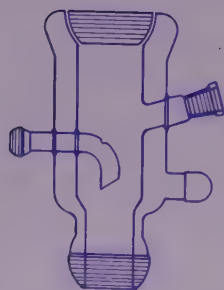
mit KSK 18 und Norm-Hahn 3 NS

Kolonnen-Zulaufstücke

dienen zum Einführen des zu trennenden Gemisches zwischen
zwei Kolonnenschüssen (Abtrieb- und Verstärkersäule).

8651 Zulaufstück

mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel,
mit Thermometerstutzen NSH 14, Zulaufstutzen KSK 18,
ummanteltem Basisschliff KSK 55
und ummanteltem Kopfschliff KSS 55



8651
Maßstab 1:6

9060 Griff-Thermometer mit NSK 14

0—250° C : 1/1°
Einbaulänge 60 mm

Duran 50 / Solidexglas

Beim Einspeisen des zu trennenden Gemisches zwischen zwei Kolonnen-schüsse ist zu beachten, daß die Einspeistemperatur der Temperatur in der Kolonne angeglichen ist.

8652 Vorheizer

mit NSH 29, NSH 14, KSS 18 und KSK 18, komplett mit Quarzstab-tauchheizer mit NSK 29 (1kVA) *)

Der Vorheizer wird kombiniert mit dem Zulaufstück 8651

7002 Kugelschliffklemme KS 18

Zulaufstück mit Hochvakuummantel,
silberspiegelt, mit Heizmantel, Sperrhahn und zwei
Temperaturmeßstellen. Kopf- und Basis-Schliff sind in den
Vakuummantel einbezogen, komplett mit 2 Gewinde-
schlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

9100c mit KSS 55, KSK 55, KSS 35, 2 NSH 14
und Norm-Hahn 4 NS

9100d mit KSS 75, KSK 75, KSS 35, 2 NSH 14
und Norm-Hahn 4 NS

Zulaufstück mit Hochvakuummantel,
silberspiegelt, mit Heizmantel, ummanteltem Glasnadelventil (maximale
Ventilöffnung \varnothing 8 mm) in der Zulaufleitung und zwei Temperaturmeß-
stellen. Kopf- und Basis-Schliff sind in den Vakuummantel einbezogen,
komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

9109c mit KSS 55, KSK 55, KSS 35 und 2 NSH 14

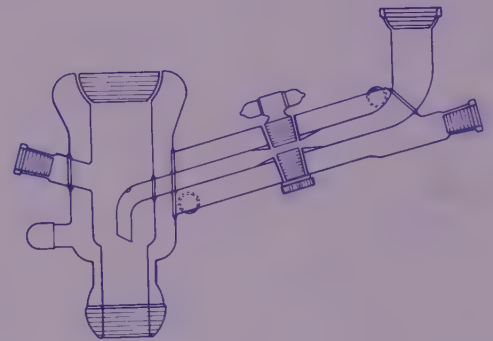
9109d mit KSS 75, KSK 75, KSS 35 und 2 NSH 14

9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°,
Einbaulänge 60 mm

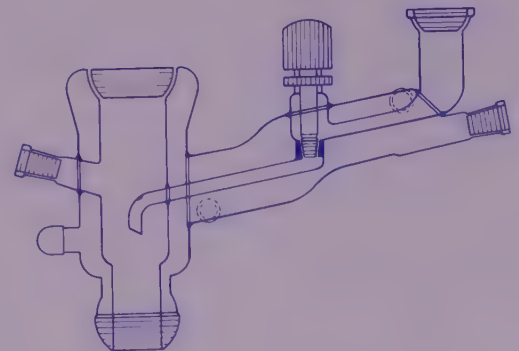
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°
Einbaulänge 70 mm



8652
Maßstab 1:6



9100c
Maßstab 1:6

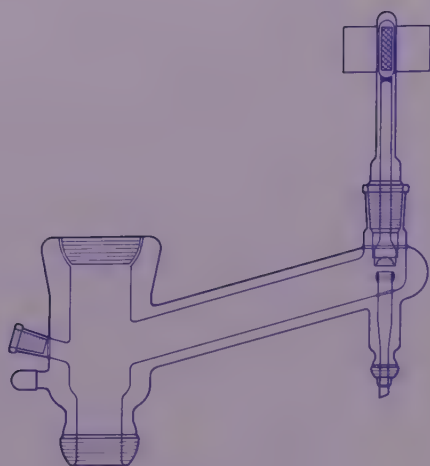


9109c
Maßstab 1:6

*) S. S. 97, Kat.-Nr. 9297d

Kolonnen-Seitenabnahmestücke

Bei der kontinuierlichen Destillation liefert jede Kolonne ein Kopfprodukt und ein Sumpfprodukt. Während die Entnahme der Kopfprodukte über unsere Kolonnenköpfe in gewohnter Weise erfolgt, erfordert die Entnahme der Sumpfprodukte besondere Vorkehrungen, z. B. kann einer der weiter unten beschriebenen Umlaufverdampfer verwendet werden.*)



9293b

Maßstab 1:6

Häufig besteht die Forderung nach einem Sumpfprodukt ohne jede Verfärbung, das ohne nachgeschaltete Destillation weiterverwendet werden soll. Diese Forderung ist auch im Labor ohne Schwierigkeiten erfüllbar, wenn das Sumpfprodukt oberhalb des Siedekolbens („nach Destillation über einen Boden“) entnommen wird. Man schaltet ein Seitenabnahmestück zwischen Siedekolben und Kolonne. Die magnetische Abnahmeteilung wird von unserem elektronischen Steuergerät **NORMATRON 75** bzw. **MIKROMAT III** gesteuert. Dabei können alle Vorteile des Normatron-Systems wie Siedegrenze-Alarmgabe, intermittierendes Arbeiten, Heizungskontrolle, auch für diese Abnahme entsprechend genutzt werden.

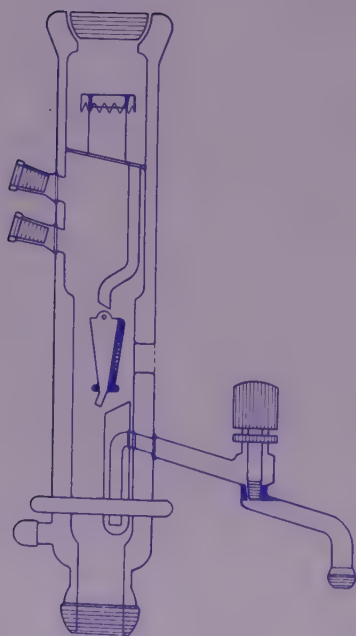
Seitenabnahmestück für dampfförmige Entnahme

mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel,
elektronisch geregelt

Kopf- und Basis-Schliff sind in den Vakuummantel einbezogen.

9293b mit KSS 55, KSK 55, KSK 28 und NSH 14

9293c mit KSS 75, KSK 75, KSK 28 und NSH 14



9294b

Maßstab 1:6

Seitenabnahmestück für Flüssigkeitsentnahme

mit silberverspiegeltem Hochvakuummantel,
elektronisch geregelt

Kopf- und Basis-Schliff sind in den Vakuummantel einbezogen.

9294b mit KSS 55, KSK 55, KSK 28 und 2 NSH 14

9294c mit KSS 75, KSK 75, KSK 28 und 2 NSH 14

Die Lieferung eines Seitenabnahmestückes erfolgt einschließlich Magnet, Magnetkabel und Diodenstecker.

9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14

0—250° C : 1/1°,

Einbaulänge 60 mm

9195d **Schliff-Kontaktthermometer** mit NSK 14

0—250° C, Einbaulänge 60 mm

*) vgl. Ss. 94—100

Anschluß einer Seitenkolonne

Bei der kontinuierlichen Destillation koppelt die moderne Technik häufig eine Seitenkolonne an die vorhandene Hauptkolonne. Dadurch gelingt es, eine mengenmäßig kleine Zwischenfraktion kontinuierlich zu entnehmen. Die Seitenkolonne hat eine eigene Sumpfheizung während ein Verstärkerteil beiden Kolonnen gemeinsam dient. Unser Seitenkolonnen-Verbindungsstück erlaubt diese Technik auch bei Laborkolonnen anzuwenden. Der auf eine Kolonne geführte Rücklauf wird nach dem Flüssigkeitsteilprinzip (**NORMATRON**- bzw. **MIKROMAT III**-gesteuert) auf Haupt- und Nebenkolonne verteilt, der aufsteigende Dampf beider Kolonnen vereinigt in den Verstärkerteil der Hauptkolonne geführt.

9295b Seitenkolonnen-Verbindungsstück
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel,
elektronisch geregelt,
mit KSS 55, KSK 55, KSK 35 und 2 NSH 14

Kopf- und Basis-Schliffe sind in den Vakuummantel einbezogen.

Die Seitenkolonnen-Verbindungsstücke arbeiten als elektronisch gesteuerte Flüssigkeitsteiler. Sie werden komplett mit Magnet, Magnetkabel und Diodenstecker geliefert.

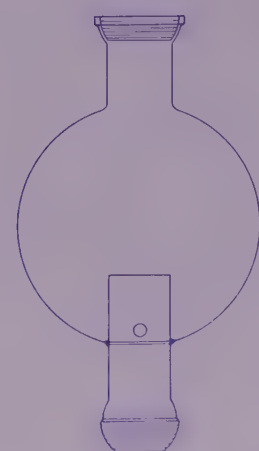
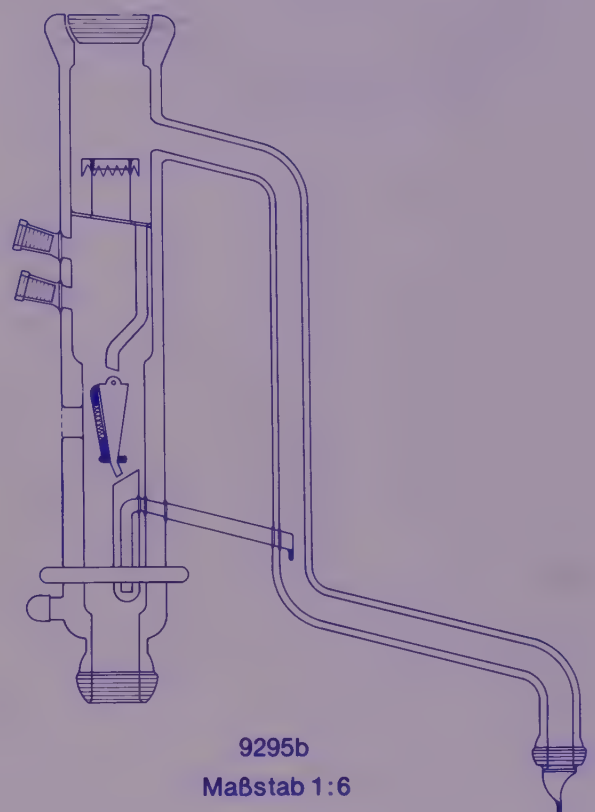
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°,
Einbaulänge 60 mm

9195d Schliff-Kontaktthermometer mit NSK 14
0—250° C, Einbaulänge 60 mm

Kontakt-Thermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.

8653 Abscheidegefäß für stark schäumende Flüssigkeiten
mit KSS 55 und KSK 55, Volumen 2000 ml

8654 Abscheidegefäß für stark schäumende Flüssigkeiten
mit KSS 55 und KSK 55, Volumen 4000 ml



Kolonnen-Verschraubungen



8701

Die Kolonnen, die als Kopfschliff einen ummantelten Kugelschliff tragen, sind — wie in den Abbildungen angegeben — am oberen Ende mit einer genormten Erweiterung versehen, die das Anbringen einer Kolonnen-Verschraubung erlaubt. Diese Verschraubungen gewährleisten erhöhte Sicherheit beim Aufbau und beim Fahren einer Destillationsanlage.

8699KOL Kolonnen-Verschraubung KS 35
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

8701KOL Kolonnen-Verschraubung KS 55
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

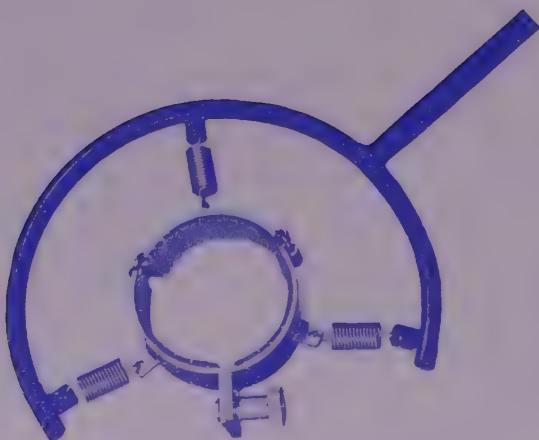
8703KOL Kolonnen-Verschraubung KS 75
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

Zur Verschraubung nicht ummantelter Kugelschliffe (z. B. Kolonnen-Basischliffe) bieten wir an:

8699N Kugelschliff-Verschraubung KS 35
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

8701N Kugelschliff-Verschraubung KS 55
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

8703N Kugelschliff-Verschraubungen KS 75
Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen



8707

Kolonnen-Halterungen

Diese Kolonnen-Halterungen gewährleisten spannungsfreie Montage.

8705 Kolonnen-Halterung
für Kolonnen mit NS 29 und KS 35
(Kolonnenaußendurchmesser 60 mm)

8707 Kolonnen-Halterung
für Kolonnen mit KS 55
(Kolonnenaußendurchmesser 75 mm)

8709 Kolonnen-Halterung
für Kolonnen mit KS 75
(Kolonnenaußendurchmesser 84 mm)





**Die ausgereifte
Mikro-Drehbandkolonne**
nach
Dr. Wingle, Dr. Fritz und Professor Dr. Vogt

Unter den thermischen Stofftrennverfahren nehmen die Destillation und Rektifikation zur Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen in die einzelnen Komponenten eine hervorragende Stellung ein. Während die Destillation das älteste physikalische Verfahren zur Gewinnung reiner Flüssigkeiten ist, ist die Rektifikation, das ist die mehrfache Wiederholung der beim Destillieren durchgeführten Grundoperationen des Verdampfens und Kondensierens, erstmals zu Beginn des 19. Jahrhunderts angewendet worden. Welche Bedeutung diese beiden thermischen Stofftrennverfahren heute haben, kann man daran ermesen, daß die chemische Industrie praktisch kein Produkt erzeugt, bei dessen Herstellung nicht wenigstens an einer Stelle des Verfahrensganges destilliert oder rektifiziert wird.

Die technische Durchführung des Zweiphasen-Stoffaustausches bei der Rektifikation erfordert im einfachsten Fall ein leeres Rohr, in dem die Flüssigkeit als Rieselfilm dem aufsteigenden Dampf entgegenströmt. Da jedoch der beim Stoffaustausch übergehende Stoffstrom und damit die erzielbare Trennleistung von der Größe der Kontaktfläche und von der Kontaktzeit der am Austausch beteiligten Phasen abhängen, besitzen die in der Praxis eingesetzten Rektifizierapparate, deren Grundform das Rohr ist, Einbauten. Diese Einbauten erhöhen einerseits die Verweilzeit der Flüssigkeit im Kontakt-raum, in dem sie dort durch einen Flüssigkeitsstau den Betriebsinhalt des Apparates vergrößern, und andererseits die Austauschfläche durch eine Verteilung der Flüssigkeit über den Säulenquerschnitt und durch Ausbildung von Sprudel- und Schaumzonen.

Als Gegenstrom-Stoffaustausch-Methode ist die fraktionierende Destillation — ein wichtiger Verfahrensschritt zur Reindarstellung von Substanzen — auf eine gewissen minimalen Stoff-Einsatz angewiesen. Durch Kolonnen mit mechanisch bewegten Verteilungseinrichtungen läßt sich diese notwendige Substanzmenge sehr weit senken. Anders aber als bei einer Vigreux-Kolonne, die gleichfalls einen geringen Stoff-Einsatz benötigt, wird durch einen rotierenden Einsatz die Trennstufenzahl einer Kolonne stark erhöht.

Die Normag-Drehbandkolonne ist nach der Forderung auf geringen Druckverlust konzipiert und für den Vakuumbetrieb (bis 10^{-3} Torr) gedacht. Sie besitzt in der Stoffaustauschsäule ein aus einem verdrillten Hostaflon®-Band gebildetes rotierendes Wischersystem, das für eine Verteilung der Flüssigkeit sorgt und eine hinreichend lange Verweilzeit der Phasen in den Säulen garantiert. Diese Kolonne eignet sich besonders für die Verarbeitung temperaturempfindlicher oder zur Polymerisation neigender Stoffgemische.

Aufbau und Funktion der Drehbandkolonne

Die Vakuummantel-Kolonne mit angeschmolzenem Kolonnenkopf trägt einen silberverspiegelten, hochevakuierten ($\sim 10^{-6}$ Torr) Isoliermantel. Da durch den Einsatz des Drehbandes aus chemisch inertem Hostaflon® die Drehbandkolonne bis zu etwa 220°C heraufgefahren werden kann, garantiert das hohe Vakuum im Isoliermantel — zusammen mit der guten Versilberung — eine nahezu adiabatische Arbeitsweise. Die Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichtes erfolgt selbsttätig. Die Einstellzeit beträgt etwa 3—5 Stunden. Auf eine aufwendige Kompensationsheizung kann verzichtet werden. Die seit vielen Jahren bewährte Rahmen-Konstruktion unserer Kolonnenköpfe ist auch bei dem Kolonnenkopf der Drehbandkolonne beibehalten worden. Diese Rahmenkonstruktion enthält alle Elemente einer Vakuum-Wechselvorlage (Anschütz-Thiele), erlaubt also den Vorlagewechsel bei Vakuum-Destillation ohne Hilfsgeräte.

Die Siedetemperatur wird mittels Quecksilber-Thermometer gemessen — für Feintemperaturmessungen stehen auch Thermometer mit $1/5^{\circ}\text{C}$ -Teilung zur Verfügung. (Widerstandsthermometer und Temperaturschreiber stehen der Preiswertigkeit der Drehbandkolonne entgegen, können aber ohne weiteres eingesetzt werden.)

Die Dampftemperatur-Meßstelle ist zwischen Kolonne und Kondensator im direkten Dampfstrom vorgesehen.

Im Gegensatz zu früheren Ausführungen steht das Quecksilber-Vorratsgefäß des Thermometers hinter einem Glasschild, wird also nur dem Dampfstrom ausgesetzt und völlig vor rücklaufendem Kondensat geschützt. Dadurch ist eine exakte Temperaturmessung gewährleistet.

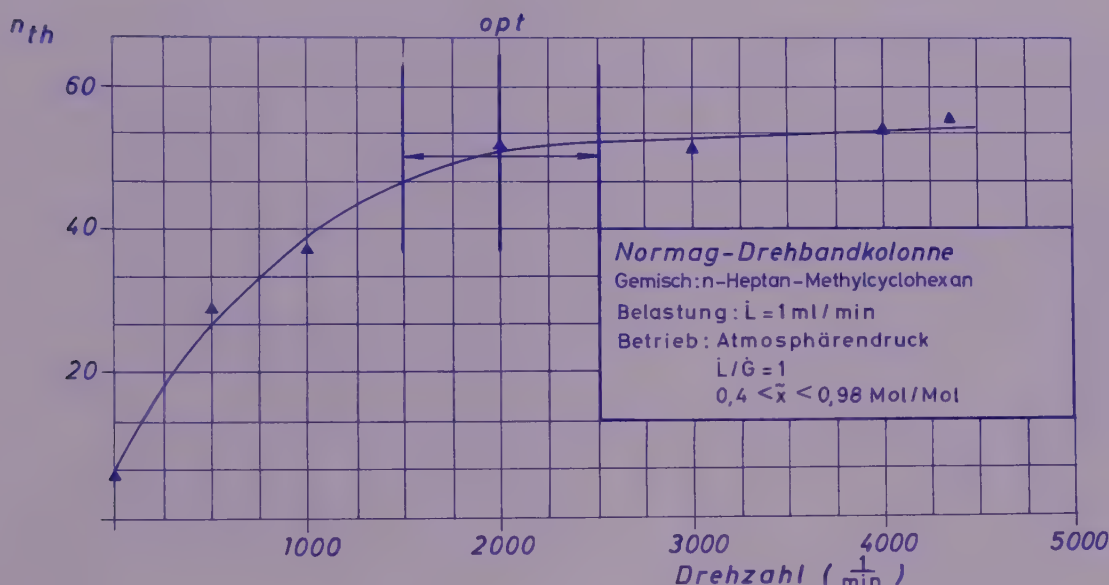
Als Verteiler zwischen der flüssigen und der dampfförmigen Phase ist ein verdrilltes Hostaflon®-Band im Kreuzprofil eingesetzt. Hostaflon® hat sich gegenüber weithin üblichen Metallbändern, an denen sich häufig katalytische Zersetzungen, sowohl von metallorganischen, als auch von rein organischen Verbindungen ereignen können, bestens bewährt.

Die obere Temperaturgrenze der Einsatzfähigkeit eines Hostaflon®-Bandes liegt bei etwa 220°C . Es ist zu beachten, daß sich Hostaflon® bei diesen hohen Temperaturen stark ausdehnt. Die Längenausdehnung beträgt ca. 5 cm, im Anwendungsfall muß also das Drehband gekappt werden. Der Antrieb des Drehbandes, das durch seine besondere Kreuzprofilform eine hohe Stabilität aufweist, erfolgt über eine starke Magnetkupplung. Der innere Magnet dieser Kupplung — der Läufer — ist ein halbkugelförmiger, vierfach polarisierter Magnet, der zur Vermeidung jeglicher Korrosionser-scheinung total in Hostaflon® eingebettet ist.

Als äußeres Gegenmagnet wirkt ein halbhohlkugelförmiger, ebenfalls vierfach polarisierter Magnet, der in Kombination mit einem Wechselstrom-Kleinmotor (2800 U/min) über eine Glas-Verschlußkappe mit Kegelschliff NS 45 direkt auf der Drehbandkolonne aufgesetzt ist.

Der Läufer wird nicht nur magnetisch mitgenommen, sondern außerdem magnetisch gelagert, so daß er keine eigene Welle mehr benötigt. Durch die vierfache Polarisierung beider Magnete zentrieren diese sich während der Rotation von selbst. Somit ist es möglich, das Hostaflon®-Band direkt am in Hostaflon® eingebetteten Magneten zu befestigen; dadurch wird ein Höchstmaß an Korrosionsfestigkeit erzielt. In der mit dem Gegenmagneten verbundenen Glaskappe ist ein Stahlplättchen befestigt. Auf diesem Stahlplättchen läuft als Gegenlager für den inneren Magneten ein Einkugel-Kugellager, das in dem Kopf des inneren Magneten befestigt ist. Abriebserscheinungen treten praktisch nicht auf, doch empfiehlt es sich, das Kugellager etwas zu fetten.

Eine neuerliche Untersuchung über die Abhängigkeit der theoretischen Bodenzahl unserer Drehbandkolonne von der Drehzahl des Hostaflon®-Bandes pro Minute ergab bis 2000 U/min stark steigende, dann aber bis 4000 U/min praktisch konstante Werte.



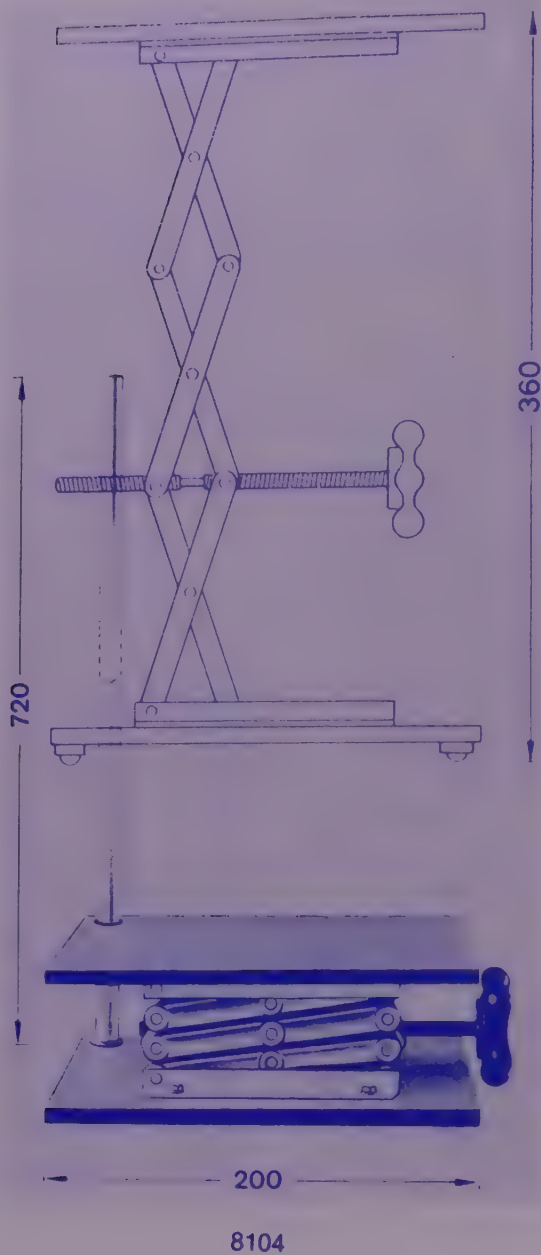
Das Drehband wird also günstigerweise bei einer Tourenzahl von etwa 2500 U/min gefahren. Eventuelle Spannungsschwankungen im Netz haben dabei auf die Effektivität der Drehbandkolonne keinen Einfluß. Da der Wechselstrom auf 2800 U/min ausgelegt ist, bedarf die Drehbandkolonne weder beim Anfahren noch im Betrieb einer besonderen Aufmerksamkeit. Der rotierende Einsatz sollte jedoch erst die volle Tourenzahl erreichen, wenn Kondensat auf die Kolonne zurückfließt. Ein Trockenlaufen des Drehbandes ist wegen der Gefahr des Abriebs tunlichst zu vermeiden.

Die Drehbandkolonne birgt den wirklich vernachlässigbaren Nachteil des bei etwa 2500 U/min rotierenden Hostaflon®-Einsatzes, was eine gewisse Abnutzung des Drehbandes mit sich bringt — doch ließ sich gerade diese kritische Funktion durch den Einsatz einer zusätzlichen Drehband-Führung im Kopfteil der Kolonne fast vollständig eliminieren.

Durch geringstmögliche Abmessung des Destillatanteiles der Drehbandkolonne weist diese ein äußerst günstiges Totvolumen auf. Das Betriebsvolumen der Drehbandkolonne mit 100 cm wirksamer Länge wurde mit etwa 1 ml ermittelt. Die Destillatabnahme erfolgt über ein Kapillarrohr, das durch ein austauschbares mit Temperiermantel versehenes Glasnadelventil — um jegliches Schliffett zu vermeiden — verschleißbar ist.

Der Destillat-Ablaufweg ist so kurz wie möglich gehalten. Die einzelnen Fraktionen werden in den mit Glasgewinden versehenen, graduierten Röhrchen einer Drehvorlage aufgefangen. Bei Fraktionswechsel ist also nur auf wenige Tropfen (1 Tropfen $\approx 0,02 \text{ ml}$) Rücksicht zu nehmen, die als Kapillar-Inhalt auftreten. Als Verschluß der Vorlage-Röhrchen dienen gelochte Schraubkappen mit zwei Gummisepta, von denen eines mit Hostaflon beschichtet ist. Substanzproben lassen sich dadurch einfach mit einer Spritze entnehmen. Übrigens lassen sich Proben auch während der Destillation über den Gewindestutzen der Drehvorlage entnehmen.

Als Ergänzungsteile bieten wir Ihnen an:



8104 Labor-Hebebühne IKA, L 203
Grundfläche 200 x 200 mm



8105 IKA-Magnetrührer (RCO)

8106 **V2A-Heizbad** (Badeaufsatz H 15) mit Quarz-
heizer, komplett mit Halter für Kontaktthermo-
meter und PT 100, mit Kontaktthermometer
(ohne Schliff) und Temperaturfühler PT 100

8107 **TRITRON Proportional-Heizungsregler*)**
elektronisch gesteuert mit Soll-Wert/Ist-
Wert-Einstellung mit Endabschaltung

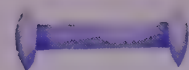
8108 **Wassermangelsicherung SECURAT**)**
(lageunabhängig, einstellbare Empfindlichkeit)

8108a **Magnetventil**
Wasserleitungsanschlußgewinde 1/2", wahlweise 3/4"

8108b **Magnetrührer (Circulus)**



8106



8109

*) s. Ss. 154 und 155

**) s. Ss. 157 und 158





Kolonnenköpfe

Kolonnenköpfe

kondensieren den aus der Kolonne aufsteigenden Dampf nach einwandfreier Messung der Siedetemperatur, teilen das Kondensat in Rückfluß und Destillat im gewünschten Verhältnis, führen den Rückfluß auf die Kolonne und ermöglichen die Sammlung des Destillats, seine Unterteilung in Fraktionen und deren beliebige Entnahme ohne Unterbrechung der Destillation.

Zu diesen grundsätzlichen Aufgaben kommen als Anforderungen an einen guten Kolonnenkopf^{*)}: geringer Totraum; kleiner Betriebsinhalt; leichte Einstellbarkeit und Meßbarkeit des Rückflußverhältnisses; Verwendbarkeit bei Normaldruck und im Vakuum; einwandfreie Messung der Dampftemperatur; einfacher, spannungsfreier Aufbau und damit geringe Zerbrechlichkeit; rückfließendes Kondensat soll mit Siedetemperatur (oder nur gering darunter) auf die Kolonne geführt werden.

Unser bewährter Vakuum-Kolonnenkopf

erfüllt diese Forderungen.

Die organisch eingebauten Elemente eines Vakuumwechsellvorstoßes ermöglichen bei der Vakuumdestillation den Vorlagenwechsel und die Entnahme der Fraktionen ohne Störung des Gleichgewichtes in der Kolonne und ohne zusätzliche Hilfsgeräte. Die starke Rahmenverbindung vom Kühlerende zur Destillatabnahme gestattet die freitragende Aufhängung von Vorlagen üblicher Größe; der bisher nötige zweite Vakuumanschluß am Kühlerende entfällt.

Schlauchtüllen und Hähne haben den gleichen Querschnitt wie die Labor-Vakuumschläuche. Dadurch wird eine störende Einengung der Vakuumleitung vermieden.

Zur Feineinstellung des Rücklaufverhältnisses dient bei den handgeregelten Kolonnenköpfen ein Regulierhahn, bzw. ein Glasnadelventil, bei den elektronisch geregelten Kolonnenköpfen das NORMATRON-Steuergerät oder das MIKROMAT III-Gerät. Um die einmal gewählte Einstellung auch beim Vorlagenwechsel beibehalten zu können, tritt dazu ein Absperrhahn.

Der präzise Schliff der Hähne verbürgt ein einwandfreies Arbeiten auch bei mehrtägigem Betrieb unter Vakuum. Eine Verunreinigung des Destillates durch ausgewaschenes Hahnfett tritt kaum ein; durch Verwendung von Glas-Nadelventilen kann aber jede mögliche Kontaminierung des Destillates vermieden werden.

Die Abtropfspitze am Eingangsschliff führt den Rückfluß auf die Mitte der Kolonnenfüllung und erhält dadurch deren Trennwirksamkeit. Sie erschwert ferner, ohne den Dampfquerschnitt zu verengen, ein Hochreißen von Füllkörpern in den Aufsatz beim Fluten der Kolonne.

^{*)} vgl. E. Krell, Handbuch der Laboratoriumsdestillation (1958) S. 326

Handgeregelte Kolonnenköpfe

sind Universalgeräte zur fraktionierenden Destillation an beliebigen Kolonnen, besonders im Vakuum oder bei Luft- und Feuchtigkeitsausschluß und zur Destillation leichtflüchtiger Stoffe.

Unsere Kolonnenköpfe werden **serienmäßig** mit Hähnen mit voll austauschbaren Hahnstopfen ausgerüstet.

Generell werden die Norm-Hähne der handgeregelten Kolonnenköpfe in folgenden Größen gehalten:

Pumpenhahn:	4 NS
Destillatleitungshähne:	3 NS
Vakuum-Absperrhahn:	8 NS

Kolonnenkopf „NORMAG“

komplett mit 4 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
8010	NSK 29	NSK 14	NSH 14
8010 KS	KSK 35	NSK 14	NSH 14
8011	NSK 29	NSK 29	NSH 14
8011 KS	KSK 35	NSK 29	NSH 14

Kolonnenkopf „NORMAG“

mit Kühl-/Heizmantel für die Destillation leichtflüchtiger oder hochschmelzender Stoffe, komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
8010a	NSK 29	NSK 14	NSH 14
8010a KS	KSK 35	NSK 14	NSH 14
8011a	NSK 29	NSK 29	NSH 14
8011a KS	KSK 35	NSK 29	NSH 14

Kolonnenkopf „NORMAG“

mit Kühl-/Heizmantel und einem zusätzlichen Schliff NSH 14 oberhalb des erweiterten Kühlers zur Aufnahme eines Kontaktthermometers oder zur Einführung von Zulaufrohren bei der Extraktivdestillation, komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

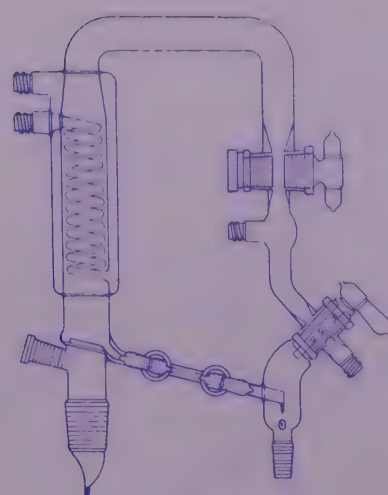
	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
8010b	NSK 29	NSK 14	NSH 14
8010b KS	KSK 35	NSK 14	NSH 14
8011b	NSK 29	NSK 29	NSH 14
8011b KS	KSK 35	NSK 29	NSH 14

9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

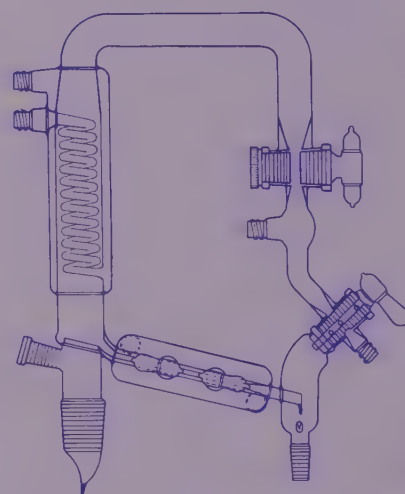
1013 **Normschliffstopfen** NKS 14
mit Sicherungsrille

Über Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen und Dimensionierungen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.

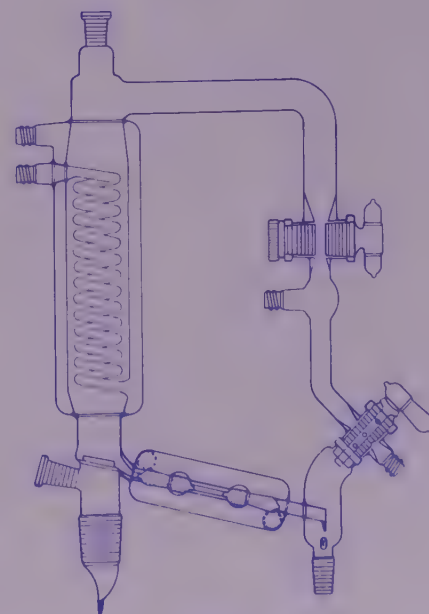
Verschraubungen für Kolonnenköpfe mit Kugelschliffen finden Sie auf Seite 46.



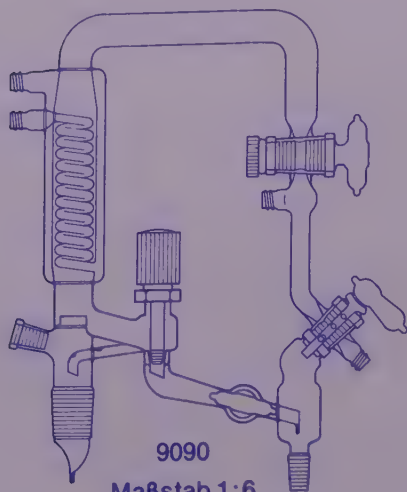
8010
Maßstab 1:6



8010a
Maßstab 1:6



8010b
Maßstab 1:6



9090
Maßstab 1:6

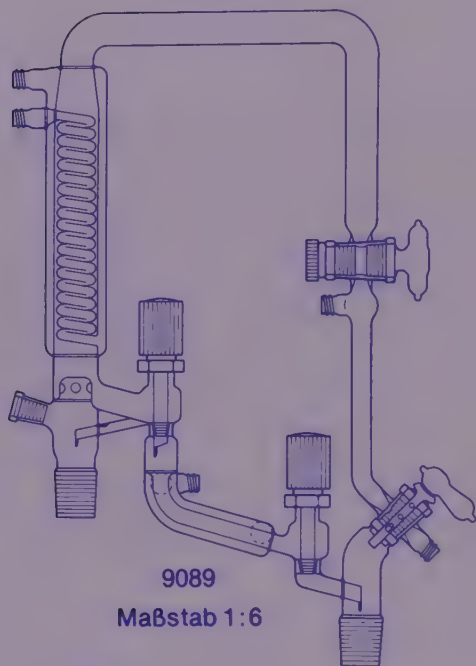
Handgeregelte Kolonnenköpfe

Unsere Kolonnenköpfe werden **serienmäßig** mit Hähnen mit voll austauschbaren Hahnstopfen ausgerüstet.

Kolonnenkopf „NORMAG“

mit Glas-Nadelventil, Destillatleitung mit Absperr-Normhahn 4 NS, komplett mit 4 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafion ET)

	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
9090	NSK 29	NSK 14	NSH 14
9090 KS	KSK 35	NSK 14	NSH 14



9089
Maßstab 1:6

Kolonnenkopf „NORMAG“

mit zwei Glas-Nadelventilen (max. Ventilöffnung \varnothing 8mm), komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafion ET)

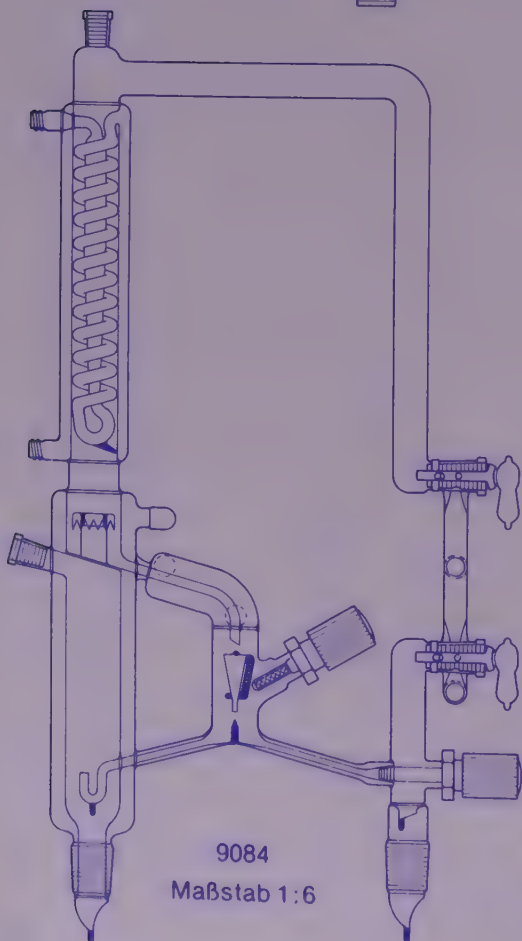
	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
9089	NSK 29	NSK 14	NSH 14
9089a	NSK 29	NSK 29	NSH 14
9089 KS	KSK 35	NSK 14	NSH 14

9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

9084 **Kolonnenkopf** nach Dr. Kaminsky, handgeregelt, mit 2 NSK 29, Thermometerschliff NSH 14, Glas-Nadelventil zur fettfreien Abnahme und zusätzlichen NSH 14 oberhalb des Kühlers, mit silberspiegeltem Hochvakuummantel, komplett mit 6 Gewindeanschlüssen (Hostafion ET)

9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

1013 **Normschliff-Stopfen** NSK 14
mit Sicherungsrille



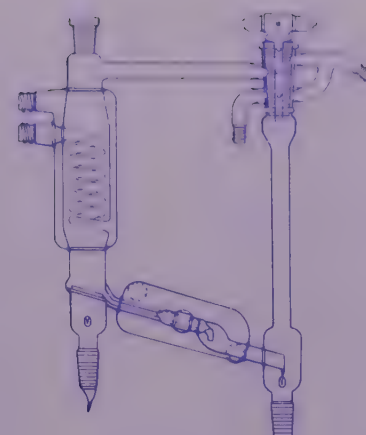
9084
Maßstab 1:6

Über Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen und Dimensionierungen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.

Handgeregelter Kolonnenköpfe

8013 Mikro-Kolonnenkopf

mit 2 NSK 14, NSH 14, Pumpen-Normhahn 4 NS und Destillat-leitungs-Normhahn 2 NS mit Temperiermantel, komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)
Dieser Kolonnenkopf dient zur Fraktionierung geringer Substanz-mengen.



8013
Maßstab 1:6

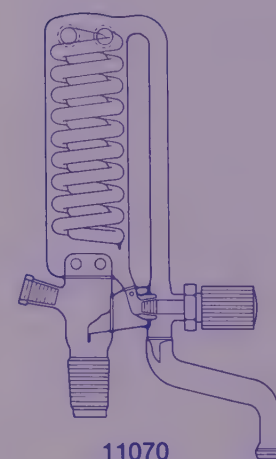
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14 0—250° C : 1/1, Einbaulänge 200 mm

Kolonnenkopf

mit seitlichem Glas-Nadelventil und angeschmolzenem Doppelschlangen-kühler, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	Thermometerschliff
11069	NSK 14	KSK 18	NSH 10
11070	NSK 29	KSK 18	NSH 14
11073	KSK 35	KSK 18	NSH 14

Abnahmekolben für diesen Kolonnenkopf müssen gegen die Atmosphäre offen sein.



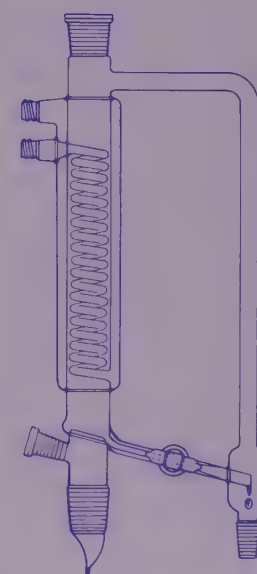
11070
Maßstab 1:6

Für Arbeiten unter Normaldruck ist im Rücklaufteiler nach Dr. Junge unser Intensivkühler mit einem Feinregulierhahn zu einem leicht zu bedienenden Gerät vereinigt.

1202 Rücklaufteiler nach Dr. Junge mit NSK 29, NSH 29, NSK 14, Thermometerschliff NSH 14 und Norm-Hahn 3 NS, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

1013 Normschliff-Stopfen NSK 29 mit Sicherungsrille

Für die Destillation unter Normaldruck über längere Zeiträume bewährt sich die Einstellung des Rücklaufverhältnisses mittels eines Glas-Nadel-ventils.

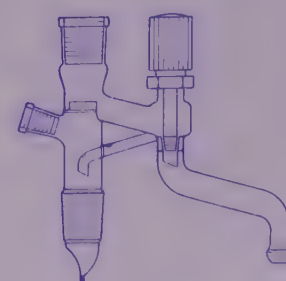


1202
Maßstab 1:6

9000 Rücklaufteiler mit Glas-Nadelventil, mit NSK 29, NSH 29, NSH 14 und KSK 18

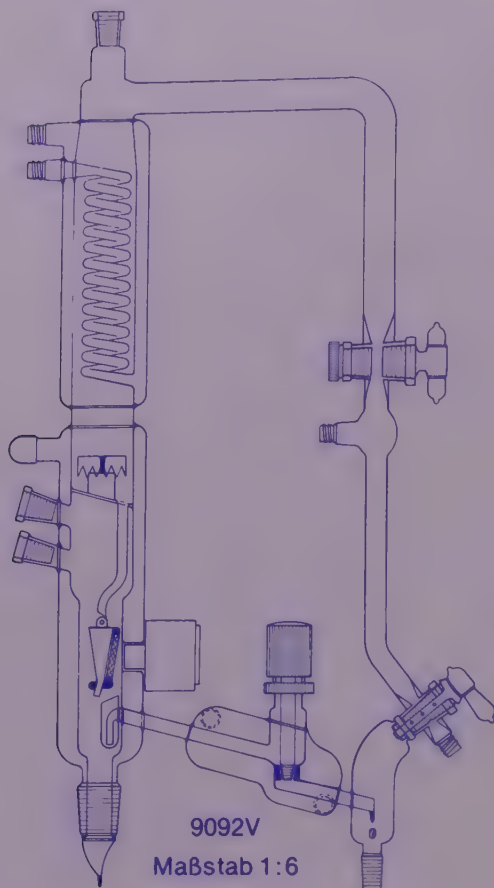
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14 0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

9066 Griff-Thermometer mit NSK 10 0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 35 mm



9000

Über Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen und Dimensionierungen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.



Elektronisch geregelte Kolonnenköpfe

dienen zur leichten und reproduzierbaren Einstellung konstanter Rücklaufverhältnisse und zu deren Aufrechterhaltung über längere Zeiten. Sie arbeiten präziser als Hähne oder Ventile und unabhängig von Störungen, durch Änderung der Kolonnenbelastung, der Viskosität, der Oberflächenspannung etc.

Die elektronisch geregelten Kolonnenköpfe führen den am oberen Kolonnenende austretenden Produktstrom in Zeit-Intervallen verschiedener Länge abwechselnd als Rücklauf auf die Kolonne oder als Destillat in die Vorlage. Dabei kann entweder der Dampf oder das Kondensat aufgeteilt werden (Dampfteiler bzw. Flüssigkeitsteiler).

Das Verhältnis von Rücklauf-Intervall zu Abnahme-Intervall wird als Rücklaufverhältnis am elektronischen Steuergerät **NORMATRON 75** oder am **MIKROMAT III** eingestellt und im Kolonnenkopf durch einen magnetisch bewegten Teiler realisiert.

Unsere Kolonnenköpfe werden serienmäßig mit Hähnen mit voll austauschbaren Hahnstopfen ausgerüstet.

Generell werden die Normhähne der elektronisch geregelten Kolonnenköpfe in folgenden Größen gehalten:

- Pumpenhähne: 4 NS
- Destillatleitungshähne: 4 NS
- Vakuum-Absperrhähne: 8 NS

Flüssigkeitsteiler

Die Flüssigkeitsteiler tragen einen silberspiegelten Hochvakuummantel. Als Thermometerschliffe dienen 2 NSK 14; oberhalb des Kühlers ist ein weiterer NSK 14 angebracht, z. B. zur Einführung von Zulaufrohren bei der Extraktivdestillation. Flüssigkeitsteiler werden einschließlich Magnet,*¹⁾ Magnetkabel und Diodenstecker geliefert, komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET).

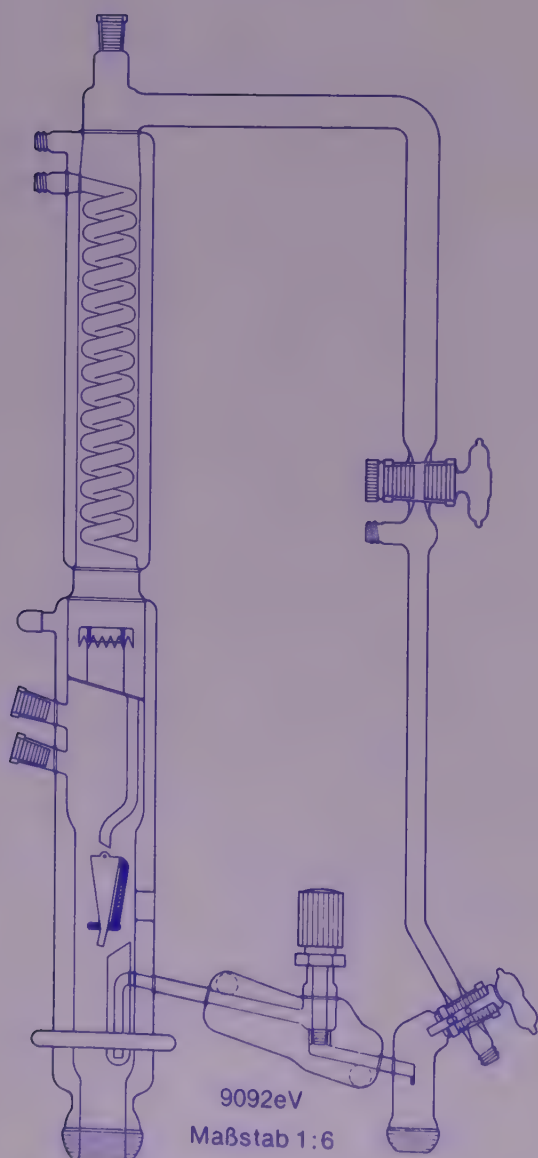
	Eingangs- schliff	Abnahme- schliff	max. Durchsatz [ca. l/h]
9092	NSK 29	NSK 14	7
9092c	KSK 35	NSK 14	7
9092d	KSK 55	NSK 29	7
9092e	KSK 55	NSK 29	12
9092f	KSK 75	NSK 29	18
9092V	NSK 29	NSK 14	7 [Glas-Nadelventil]
9092eV	KSK 55	KSK 35	12 [Glas-Nadelventil]
9092fV	KSK 75	KSK 35	18 [Glas-Nadelventil]

9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d **Schliff-Kontakt-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C, Einbaulänge 60 mm

Kontakt-Thermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.

¹⁾ s. S. 146, NORMAG-Nr. 9505



Dampfteiler

sind besonders für die Tieftemperaturdestillation sowie das Arbeiten mit leichtflüchtigen Stoffen oder zweiphasigen Azeotropen geeignet.

Der von der Kolonne aufsteigende Dampf wird durch ein magnetisch bewegtes Ventil wechselweise in getrennte Kühler geleitet und dort kondensiert. Diese Kondensate gehen als Rücklauf auf die Kolonne bzw. als Destillat in die Vorlage.

Der Vorteil des Dampfteilers liegt in seiner besonderen Arbeitsweise:

1. Da die Substanz den Teilungsmechanismus als Dampf durchströmt, ist der Arbeitsinhalt sehr klein, und es fallen alle Störungen weg, die durch die spezifischen Eigenschaften von Flüssigkeiten, besonders bei zweiphasigen Destillaten, auftreten können.
2. Die Dampfteilung geschieht durch ein wechselweises **Öffnen und Schließen** des Rücklauf- und Destillatweges. Auch bei hohen Rücklaufverhältnissen, sowie bei langen Sperrzeiten im intermittierenden Verfahren, tritt keine Kontaminierung des Destillats durch isotherme Destillation auf. Das ist beim Umgang mit leichtsiedenden Substanzen und ganz besonders bei der Tieftemperaturdestillation wichtig.

Das Gerät ist mit silberspiegeltem Vakuummantel zur Verbesserung der Temperaturmeßgenauigkeit und Vermeidung der äußeren Vereisung bei Tieftemperaturdestillation ausgerüstet.

Dampfteiler

mit silberspiegeltem Hochvakuummantel

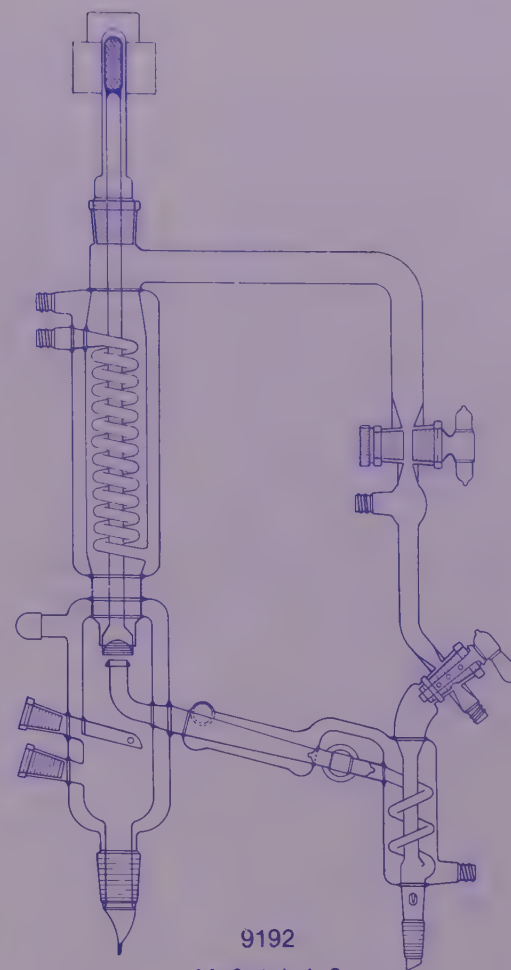
zur fraktionierenden Destillation an beliebigen Kolonnen, besonders für die Destillation leichtsiedender Stoffe, 2 Thermometerstutzen, Magnet,*) Magnetkabel und Diodenstecker, komplett mit 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET). Als Thermometerschliffe dienen 2 NSK 14.

	Eingangs- schliff	Abnahme- schliff	max. Durchsatz [ca. l/h]
9192	NSK 29	NSK 14	8
9192c	KSK 35	NSK 14	8
9192d	KSK 55	NSK 29	12
9192e	KSK 75	NSK 29	12
9192dV	KSK 55	KSK 35	12 [Glas-Nadelventil]
9192eV	KSK 75	KSK 35	12 [Glas-Nadelventil]

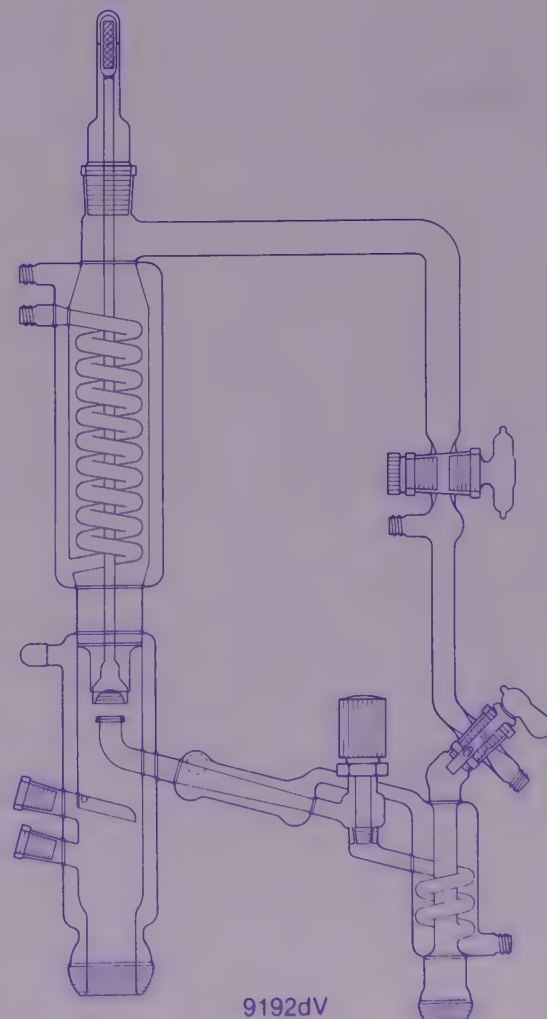
9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d **Schliff-Kontaktthermometer** mit NSK 14
0—250° C, Einbaulänge 60 mm

Kontaktthermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.



9192
Maßstab 1:6



9192dV
Maßstab 1:6

*) s. S. 146, Normag-Nr. 9510 (9192, 9192c) und Normag-Nr. 9515 (9192d - 9192eV)

Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky

Die eingangs*) erwähnten Anforderungen an einen guten Kolonnenkopf werden von dem **Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky** voll erfüllt.

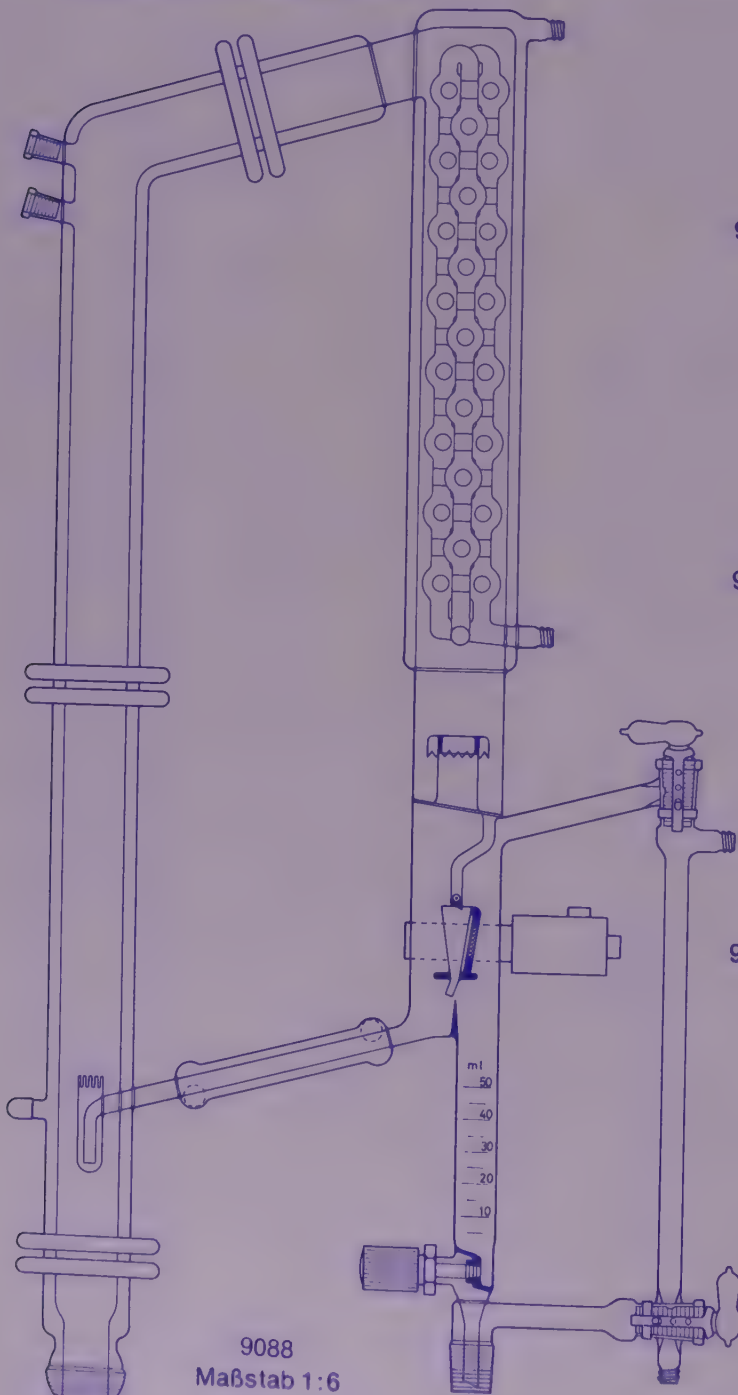
Nicht nur im Mikro-Bereich findet der Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky vorteilhaft Anwendung, auch bei größeren Laboranlagen bewährt sich diese in der Technik längst verwirklichte Kolonnenkopf-Anordnung.

Das Dampfrohr des Kolonnenkopfes ist auch hier mit einem silberspiegeltem Hochvakuummantel versehen. Der von der Kolonne aufsteigende Dampf wird demgemäß fast adiabatisch bis zur Kondensationszone geführt.

Diese Dampfführung erlaubt eine einwandfreie Temperaturmessung, zumal die Messung durch kein rücklaufendes Kondensat beeinträchtigt werden kann.

Der Schwenktrichter in der handgeregelten Makro-Ausführung wird durch einen in Glas eingebetteten Magnetstab — geführt in einem vakuumdichten Drehverschluß — in die gewünschte Stellung gebracht (Rücklauf, Abnahme, Destillatteilung)**). In dem elektronisch regelbaren Kolonnenkopf übernimmt ein elektronisches Steuergerät (z. B. unser **NORMATRON 75** bzw. **MIKROMAT III**) die Regelung des Rücklaufverhältnisses.

Destillatabnahme und Vakuumanschluß erfolgen beim elektronisch geregelten Kolonnenkopf über eine angeschmolzene Anschütz-Thiele-Vorlage; auch beim handgeregelten Kopf wird günstigerweise eine Anschütz-Thiele-Vorlage mit Glasnadelventil nachgeschaltet.



9088 Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky, elektronisch geregelt, mit KSK 55, NSK 29, 2 Thermometerschliffen NSH 14, mit silberspiegeltem Hochvakuummantel und angeschmolzener Anschütz-Thiele-Vorlage, komplett mit Magnet * * *), Magnetkabel, Diodenstecker und 6 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafilon ET)

9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d Schliff-Kontaktthermometer mit NSK 14
0—250° C, Einbaulänge 60 mm
komplett mit Kabel und Stecker

*) s. S. 58

**) s. S. 60

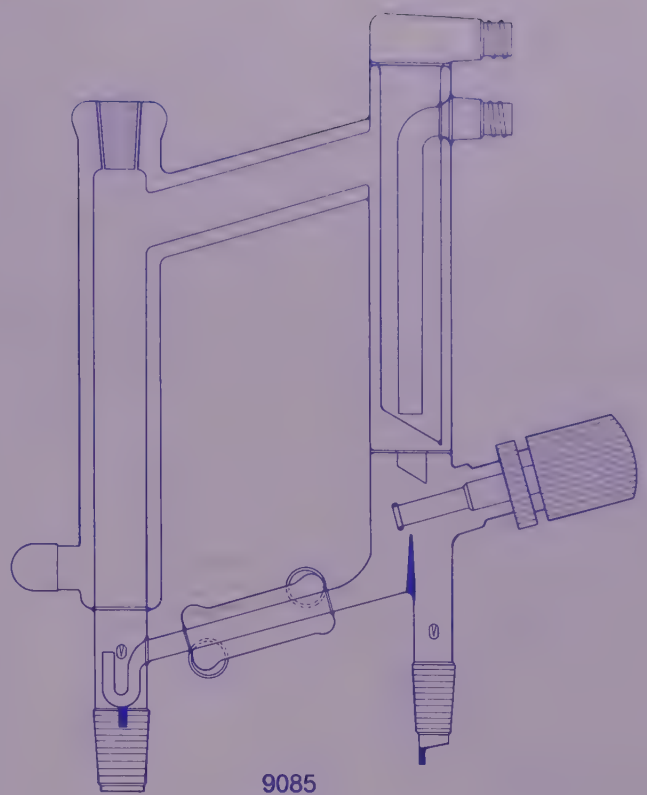
***)) s. S. 146, Normag-Nr. 9505

Duran 50 / Solidexglas

Der **Mikro-Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky** wird über einen NSK 19 (ein NSK 14 als Eingangsschliff würde den Querschnitt zu stark verengen) auf eine silberspiegelte Vakuummantelkolonne aufgesetzt.

Das Dampfrohr des Kolonnenkopfes ist mit einem silberspiegeltem Hochvakuummantel versehen. Lediglich der Teil des Dampfrohres kurz oberhalb des Eingangsschliffes NSK 19, der — über ein ummanteltes Kapillarrohr und einen kleinen Siphon — das rücklaufende Kondensat aufnimmt, ist nicht mit in den Vakuummantel einbezogen. Es soll damit die Möglichkeit gegeben sein, den Rückfluß zu beobachten.

Der von der Kolonne aufsteigende Dampf wird also fast adiabatisch durch das Dampfrohr bis zur Kondensationszone geführt. Diese Dampfführung erlaubt eine einwandfreie Temperaturmessung im Knick des Dampfrohres, zumal die Messung durch rücklaufendes Kondensat nicht beeinträchtigt wird. Am Kühlfinger des Kondensators wird der Dampf im absteigenden Strom kondensiert. Die Leistung dieses Kühlers ist naturgemäß stark abhängig vom Siedepunkt der Substanz und von der Kühlwassertemperatur.



Maßstab 1:3

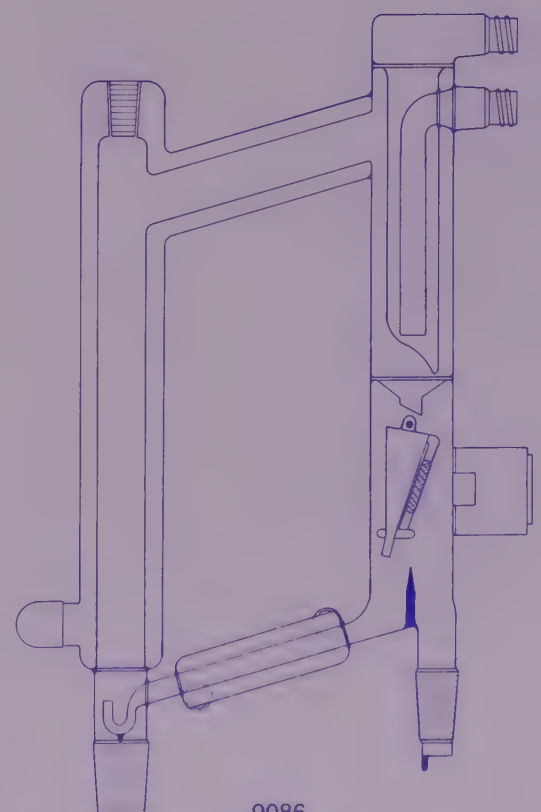
Das gesamte Kondensat wird von dem eingeschmolzenen Trichter aufgefangen und von dort

- A. auf einen beweglichen Leitstab geführt. Dieser Leitstab läuft in einer nach außen hin dichten Teflonbuchse und wird über unsere bewährte Ventilverschraubung betätigt. Die Flüssigkeitsführungswelle des Leitstabes ist bis auf die Leitstabspitze etwas eingeschnürt; dadurch wird noch bessere Flüssigkeitsführung erzielt. Je nach der Stellung der Leitstabspitze wird das Kondensat total abgenommen, geteilt oder total auf die Kolonne zurückgeführt. Die Teilung des Kondensates erfolgt an einer messerscharfen Schneide, die es erlaubt, auch den einzelnen Tropfen zu zerschneiden.

Ohne aufwendige Steuerorgane kann also das gewünschte Teilungsverhältnis eingestellt werden. Unabhängig von der Gesamtmenge an Kondensat arbeitet der Kolonnenkopf nach Dr. Kaminsky mit gleichbleibendem Teilungsverhältnis.

Der weitere große Vorteil dieses Teilungsprinzips ist das völlig fettfreie Arbeiten.

Das rücklaufende Kondensat wird über das ummantelte und durch einen Siphon gegen den Dampfraum verschlossene kapillare Rücklaufrohr auf die Kolonne geführt. Die Ummantelung dient zum Wiederaufheizen des Kondensates, damit dieses mit Siedetemperatur (oder nur gering darunter) auf die Kolonne geleitet werden kann.

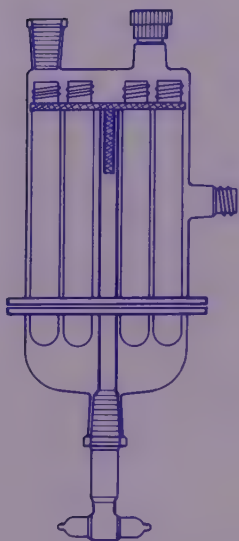


Maßstab 1:3

- B. auf einen elektromagnetisch betätigten Schwenktrichter geführt. Über ein elektronisches Steuergerät (z. B. unser **MIKROMAT III**) kann ein bestimmtes Rücklaufverhältnis eingestellt werden; in Ruhelage des Schwenktrichters wird das gesamte Kondensat auf die Kolonne geführt.

Zusammengefaßt seien nochmals die Vorteile des Kolonnenkopfes nach Dr. Kaminsky aufgezählt:

- Das jeweils gewünschte Teilungsverhältnis Rücklauf : Destillat bleibt auch bei wechselndem Kondensatanfall stets konstant.
- Das Teilungsverhältnis ist unabhängig von der Viskosität des Kondensates.
(Bei Destillationen ändert sich häufig die Viskosität einzelner Fraktionen.)
- Das Teilungsverhältnis ist beliebig wählbar, bzw. über ein Zeitschaltgerät vorzugeben.
- Das Kondensat wird bei der Teilung weder durch Hahnfett noch durch andere Schmiermittel verunreinigt.
- Die Anordnung zeichnet sich durch einfachen Aufbau, bequeme Handhabung und störunanfällige Bauweise aus.



1130V
Maßstab 1:4

9085 **Mikro-Kolonnenkopf** nach Dr. Kaminsky, handgeregelt mit NSK 19, NSK 14 und Thermometerschliff NSH 10, mit silberspiegeltem Hochvakuummantel, komplett mit 4 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

9086 **Mikro-Kolonnenkopf** nach Dr. Kaminsky, elektronisch geregelt mit NSK 19, NSK 14 und Thermometerschliff NSH 10, mit silberspiegeltem Hochvakuummantel; komplett mit Magnet*), Magnetkabel, Diodenstecker und 4 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

9066 **Griff-Thermometer** mit NSK 10
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

9067 **Griff-Thermometer** mit NSK 10
0—150° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

9066 **Griff-Thermometer** mit NSK 10
Teilung 1° C : 1/5°, Einbaulänge 50 mm

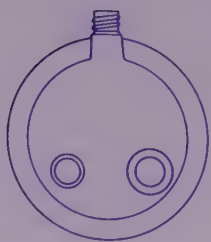
- | | | |
|--------------|---------------|---------------|
| a) 0— 50° C | c) 100—150° C | e) 200—250° C |
| b) 50—100° C | d) 150—200° C | |

Drehvorlage — Modell Normag —

Die Drehvorlage wurde für die Destillation kleiner Mengen konzipiert. Die graduierten Vorlage-Gläschen haben ein Volumen von 5, 10 oder 25 ml. Sie tragen anstelle eines Schliffes ein Glasgewinde Rd 14, um fettfreie Destillatabnahme zu gewährleisten.

Die Vorlage-Gläschen werden in den Edelstahl-Halteteller der Drehvorlage eingeschraubt und so gehalten. Das Destillat tropft von der Nase des Abnahmekegelschliffes direkt in das Vorlage-Gläschen. Der Destillat-Ablauf ist also hier extrem kurz gehalten. Nach beendeter Destillation kann das Vorlage-Gläschen mit einer gelochten Schraubkappe, die ein Hostaflon®-beschichtetes Abdichtungsgummi trägt, verschlossen werden. Zur Substanzentnahme (z. B. Analyse, Gaschromatographie, Messung des Brechungsindex, Kernresonanzaufnahmen, IR-Spektroskopie) wird dieser Gummi mit einer entsprechenden Spritze (z. B. Fabrikat Hamilton) durchstoßen. Auch während der Destillation ist Substanzentnahme über einen Schraubkappenverschluß möglich. Erforderlich ist hier eine Spritze mit längerer Kanüle.

Der Anschluß ans Vakuum erfolgt über unseren Schlauchanschluß, auf den vorher der Vakuumschlauch einfach aufgeschoben wird. Aus Sicherheitsgründen ist es empfehlenswert, zwischen Apparatur und Vakuumquelle eine Vorschaltflasche**) zu schalten.



Aufsicht der Drehvorlage

1130V **Drehvorlage** — Modell Normag — mit NSK 14 komplett, mit je 4 graduierten Vorlage-Gläschen, 5, 10 und 20 ml und 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon ET)

*) s. S. 146, Normag-Nr. 9505

**) s. S. 163

Spezialkolonnenkopf zur Destillation von hochviskosen und leichtkristallisierenden Stoffen

Beim Versuch der Fraktionierung hochviskoser oder leicht kristallisierender Substanzen treten in normalen Apparaturen leicht Verstopfungen auf. Häufig können die engen Destillatwege durch Bestrahlen mit Infrarotlampen oder durch Umwickeln mit Heizbändern offen gehalten werden. Mit großer Erfahrung und experimentellem Feingefühl versteht es der Chemiker, in solchen Fällen die auftretenden Schwierigkeiten zu meistern. Durch apparative Verbesserungen kann zu einfach überschaubaren und reproduzierbaren Verfahren gelangt werden, die ein zuverlässiges Ergebnis liefern.

Unser Spezialkolonnenkopf, durchgehend gemantelt, erfüllt diese Voraussetzung.

Die Destillatwege von der Kolonne bis zur Produktvorlage sind lückenlos mit Temperiermänteln umgeben. Diese Mantelrohre sind in einzelne Abschnitte gegliedert, um in diesen verschieden abgestufte Temperaturen einhalten zu können. Als Wärme-Übertragungsmittel kommen Wasser, Streichdampf, Paraffinöle, Silikonöle, Polyglykole, verschiedene Lösungsmittel oder Lösungsmitteldämpfe in Betracht, die nach dem gewünschten Temperaturbereich ausgewählt werden können.

Zum Umpumpen und Temperieren solcher Flüssigkeiten werden Thermostate verwendet, z. B. die preiswerten Einhänge-Thermostate. Ebenso günstig kann mit einer kleinen Labor-Umwälzpumpe, einem Tauchsieder und Kontaktthermometer ein konstant temperierter Flüssigkeitsumlauf hergestellt werden.

Elektronisch geregelter Kolonnenkopf

Spezialgerät ohne Hähne in der Destillatleitung, mit silberspiegeltem Hochvakuummantel, mit Pumpen-Normhahn 6 NS, komplett mit Magnet*), Magnetkabel, Diodenstecker und 5 Gewinde-schlauchanschlüssen (Hostafion ET).

Als Thermometerschliffe dienen 2 NSH 14.

	Eingangsschliff	Abnahmeschliff	maximaler Durchsatz [ca. l/h]
9292	NSK 29	NSK 29	8
9292a	KSK 35	NSK 29	8
9292b	KSK 55	NSK 29	12

9206 Anschütz-Thiele-Vorlage mit Temperiermantel

NORMAG-Form, graduiert, mit NSH 29, NSK 29, Pumpen-Normhahn 4 NS und ummanteltem Auslauf-Normhahn 4 NS, komplett mit 4 Gewinde-schlauchanschlüssen (Hostafion ET)

Volumen	25	50	100	250	500
ml-Teilung	1/5	1/2	1/1	5/1	10/1

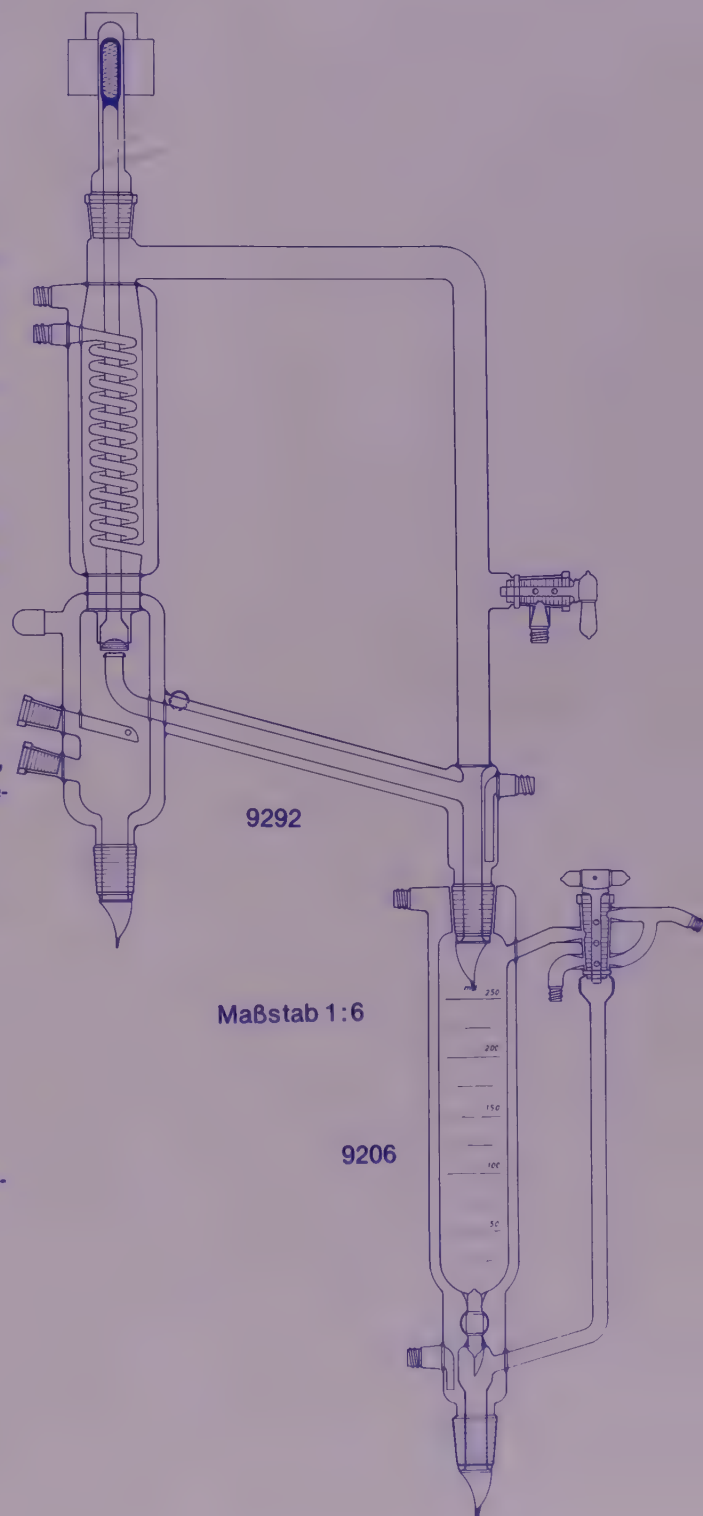
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14

0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d Schliff-Kontaktthermometer mit NSK 14

0—250° C, Einbaulänge 60 mm

Kontaktthermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.



*) s. S. 146, Normag-Nr. 9510 (9292, 9292a); Normag-Nr. 9515 (9292b)





Molekularsiebanlage

zur Herstellung von
wasserfreien und Inertgas-gesättigten
organischen Lösungsmitteln

Normag-Molekularsieveanlage

zur Herstellung von wasserfreien und Inertgas-gesättigten organischen Lösungsmitteln

Chemische Reaktionen mit luft- und feuchtigkeitsempfindlichen Substanzen können unter Schutzgas in wasserfreien Lösungsmitteln durchgeführt werden.

Häufig werden Lösungsmittel mit hohem Wassergehalt zunächst mit den einschlägig bekannten Trockenmitteln vorbehandelt. Zur Absolutierung werden die vorgetrockneten Lösungsmittel meist mit Alkalimetallen, Phosphorpentoxid, Lithiumhydrid o. ä. längere Zeit unter Durchblasen von Schutzgas dem Rückfluß unterworfen und schließlich unter Schutzgas destilliert.**) **)

Zur Trocknung von organischen Lösungsmitteln empfiehlt sich die Verwendung von Molekularsieben***), da zudem auch solche Lösungsmittel einfach und sicher getrocknet werden können, die einer Trocknung mit Alkalimetallen z. B. nicht zugänglich sind.

Molekularsieve sind kristalline, synthetische Zeolithe, bei denen die zahlreichen Hohlräume im Kristallgitter durch genau dimensionierte Poren untereinander verbunden sind. Entfernt man durch Erhitzen das in den Hohlräumen und Poren befindliche Wasser, so erhält man äußerst aktive Adsorbentien, die sich ausgezeichnet zum Trocknen von Lösungsmitteln und Gasen eignen.

Die Trocknungsmethode mit Molekularsieben ist einfach, ungefährlich, sehr leistungsfähig und wirtschaftlich. **Beim Streben nach sicherem Arbeiten im Labor sollte die nicht ungefährliche Trocknung mit Natrium durch diese Methode verdrängt werden.** Der mit Natrium erreichbare Trocknungseffekt wird fast durchweg übertroffen und genügt in den meisten Fällen den gestellten Anforderungen. So können je nach Temperatur, Säulengröße, Aktivität des Molekularsieves, Durchflußgeschwindigkeit, Wassergehalt und Art des zu trocknenden Lösungsmittels Restwassergehalte bis zu 10⁻⁵% oder sogar darunter erzielt werden. Auch lassen sich größere Flüssigkeitsmengen, etwa 10 Liter, in wenigen Stunden absolutieren. Molekularsieve können ohne wesentlichen Abfall ihrer Adsorptionskapazität fast beliebig oft regeneriert werden.

In der NORMAG-MOLEKULARSIEBANLAGE werden die organischen Lösungsmittel, auch technisch reiner Qualität, zunächst zur Entfernung des adsorbierten Sauerstoffs unter Durchblasen von Inertgas unter Rückfluß erhitzt und fraktioniert destilliert. Anschließend wird das Lösungsmittel zur Trocknung über eine mit Molekularsieben gefüllte Säule geschickt und unter Schutzgas direkt ins Reaktionsgefäß oder zur Aufbewahrung in besonders geeignete Gefäße gegeben.

Im einzelnen besteht die Anlage aus einem 4-Liter-Zweihalskolben mit seitlichem Gaseinleitungshahn, einer Vakuummantel-Füllkörperkolonne (wirksame Höhe 1000 mm) und einem Kolonnenkopf, an dem sich ein 2-Liter-Auffanggefäß und eine Säule (ø 50 mm, 1000 mm lang) zur Aufnahme des Molekularsieves anschließt. Die einzelnen Bauteile sind aus DURAN 50 gefertigt und mit Normhähnen versehen, die z. T. mit Hostaflon-Hahnstopfen bestückt sind.

Arbeitsweise

Die Molekularsieveanlage wird gemäß Skizze Seite 72 zunächst ohne Molekularsiebsäule (F) mit wenigen Stativklammern am Stativ Aufbau befestigt. Die Vakuummantel-Füllkörperkolonne kann entweder mit Raschig-Ringen oder Maschendraht-Ringen (Material V4A) gefüllt werden. Die Schliffe werden sorgfältig mit wenig mittelviskosem Hochvakuumfett gefettet oder mit Hostaflonmanschetten versehen. Vor Inbetriebnahme sollte die gesamte Anlage mit Schutzgas gespült werden.

Frisch regeneriertes Molekularsieb wird unter Schutzgas in die vorbereitete Säule gegeben und an die Anlage angeschlossen. Das zu reinigende Lösungsmittel füllt man über den seitlichen Schliffansatz in den Destillationskolben ein und erhitzt unter gleichzeitigem Durchblasen von Schutzgas über den Hahn (1) unter Rückfluß. In dieser Phase sind das Glasnadelventil (2) und der Hahn (3) am Blasenähler geschlossen; der Zweiweghahn (4) zum Kolben (E) ist geöffnet.

*) NORMAG-Lösungsmittel-Umlaufapparat mit Kupferspiralkühler, Information Nr. 20

**) NORMAG-Gasreinigungsanlage für Stickstoff und Edelgase, Information Nr. 33

***) Informationsschrift der Fa. Merck, Darmstadt, über „Molekularsieve zum Trocknen von Gasen und organischen Lösungsmitteln“

Während der fraktionierten Destillation und der anschließenden Trocknung wird das Schutzgas nur am Blasenähler übergeleitet. Die Güte des Trenneffektes bei der fraktionierten Destillation hängt von dem eingestellten Rücklaufverhältnis ab. Der Vorlauf kann direkt im Kolben (E) aufgefangen werden. Bei Erreichen des für das Lösungsmittel spezifischen Siedepunktes wird das Ventil (2) so eingestellt, daß das Destillat tropfenweise über das Doppelventil (4) in das Auffanggefäß (D) gelangt. Die Durchflußgeschwindigkeit des Lösungsmittels über die Molekularsiebsäule (F) sollte auf 2 bis 3 Liter pro Stunde einreguliert werden. Bei erstmaliger Benutzung des Molekularsiebes füllt man die Säule mit Flüssigkeit voll und fängt nach einiger Zeit einen Vorlauf von etwa 200 ml getrennt auf. Im folgenden achtet man darauf, daß die Säule nicht trocken läuft. Das wasserfreie Lösungsmittel kann direkt unter Schutzgas in ein Reaktionsgefäß oder bereitstehendes Vorratsgefäß gegeben werden. Es empfiehlt sich, die getrockneten Lösungsmittel über regeneriertem Molekularsieb (10 g pro Liter Lösungsmittel) aufzubewahren.

Als Vorratsgefäße sind Glasschliff-Flaschen mit auf Seite 73 skizzierten Aufsatz (G) zweckmäßig. Unter Anwendung von geringem Schutzgasüberdruck kann das wasserfreie Lösungsmittel entnommen werden. Über die Kegelschliffhülse (5) kann das Gefäß an der Molekularsiebanlage gefüllt bzw. Lösungsmittel herauspipettiert werden.

Beim Durchsatz von größeren Flüssigkeitsmengen werden am besten mehrere Säulen mit Molekularsieb präpariert, die rechtzeitig vor dem Wasserdurchbruch einzusetzen sind. Wenn verschiedene Lösungsmittel in der Anlage gereinigt werden, ist es nützlich, für jede Säule bereitzuhalten.

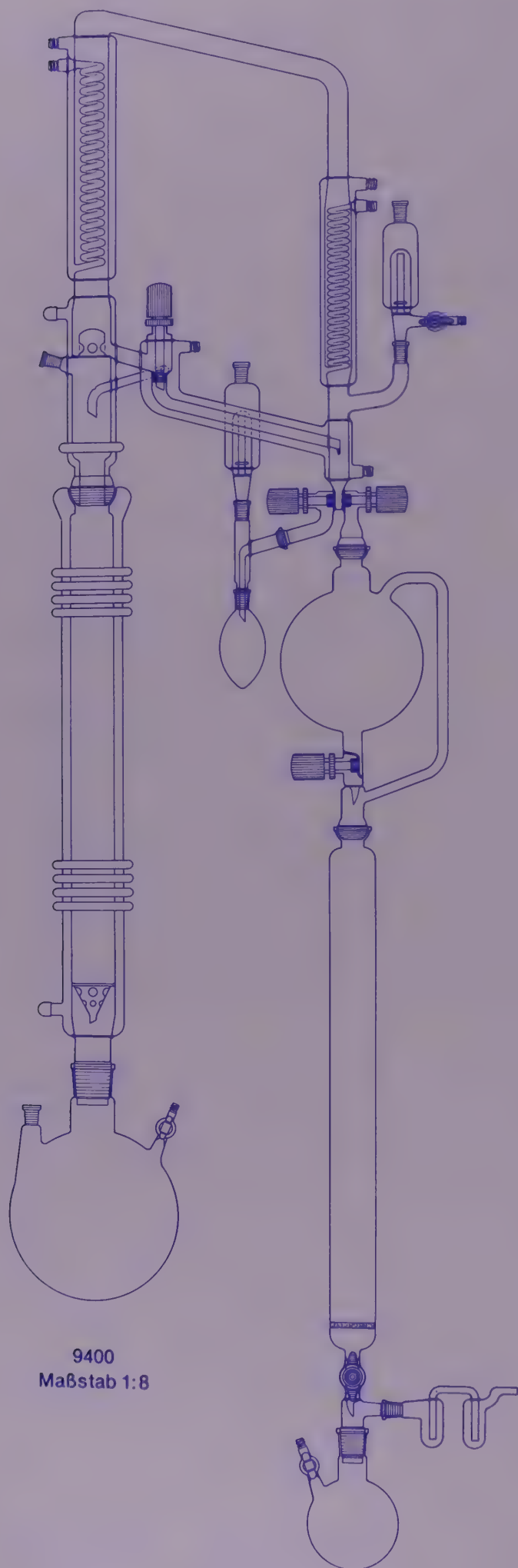
Regenerierung

Molekularsiebe sollten vor ihrer ersten Anwendung von anhaftenden Staubanteilen befreit und sorgfältig regeneriert werden. Da auch bei höheren Temperaturen Wasser stark adsorbiert wird, ist eine gründliche Aktivierung bei 300 bis 350° C im Vakuum notwendig.

Zweckmäßig gibt man das Molekularsieb in ein Glasgefäß (H), das über einen Kugelschliff und einen Czakohahn an der Ölpumpe zu evakuieren und mit Schutzgas zu belüften ist. Das ist vorteilhaft, weil zum einen adsorbierter Sauerstoff entfernt wird, zum anderen das Glasgefäß mit dem Kugelschliff unmittelbar verbunden werden kann. Zum Ausheizen verwendet man die im Laborfachhandel erhältlichen Heizöfen und Trockenschränke.

Vor der Regenerierung wird das gebrauchte Molekularsieb in eine größere Wassermenge geschüttet (Abzug!!!), um etwa adsorbierte Lösungsmittel zu verdrängen. Diese Maßnahme ist besonders bei brennbaren Lösungsmitteln unerlässlich, da weder Trockenschrank noch Ölpumpen explosionsgeschützt sind. Zur restlosen Entfernung eventuell verbliebener organischer Rückstände wird zunächst mit Äthanol gewaschen und mit Wasser mehrmals gründlich gespült. Im Trockenschrank wird bei 200 bis 250° C in einer offenen Schale vorgetrocknet. Der Restwassergehalt wird bei 300 bis 350° C unter Verwendung des Glasgefäßes (H) im Ölpumpenvakuum (10^{-1} bis 10^{-3} Torr) entfernt, wobei eine Kühlfalle zum Schutz der Ölpumpe vorzuschalten ist. Das Glasgefäß wird beim Abkühlen mit Schutzgas belüftet und das Molekularsieb sorgfältig unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluß in die bereitstehende Säule umgefüllt.

Bei schwierig zu trocknenden Lösungsmitteln bzw. bei höheren Anfangswassergehalten ist eine statische Vortrocknung mit Molekularsieb zu empfehlen. Richtwerte für die Flüssigkeitsmengen, die ohne Regenerierung getrocknet werden können, und über die geeigneten Molekularsiebtypen, erhält man aus der Tabelle in der Informationsschrift der Fa. Merck, Darmstadt.***). Der Trocknungseffekt sollte jedoch stets über eine Wasserbestimmung oder mit einer bekannten, empfindlichen Substanz kontrolliert werden.



9400
Maßstab 1:8

- 9400 **Normag-Molekularsieberanlage, komplett**
bestehend aus:
- 9401 **Kolonnenkopf, handgeregelt,***
mit Kopfeingangsschliff KSK 55 und Ab-
nahmeschliff KSK 35, mit NSH 14 und KSS 18
mit austauschbaren Glasnadelventilen,
komplett mit Vorstoß mit KSK 18, NSK 14 und
NSH 14 und Kugelschliff-Klemme KS 18,
komplett mit 6 Gewindeschlauch-
anschlüssen (Hostaflon ET)
- 9402 **Füllkörperkolonne**
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel,
mit Basisschliff NSK 45 und Kopfschliff KSS 55,
innerer Durchmesser 50 mm, Füllhöhe 1000 mm
- 9403 **Füllkörper, Maschendrahtringe V4A,**
3 x 3 mm, 2500 M/cm² (2 l)
- 9403a **Füllkörper, Maschendrahtringe V4A,**
6 x 6 mm, 530 M/cm² (½ l)
- 9404 **Zweihals-Destillationskolben,**
Volumen 4000 ml, mit NSH 45, NSH 29 und
Stickstoff-Normhahn 3 NS
- 9405 **Hostaflon-Manschette NS 45**
- 9406 **Blasenzähler nach Hettstedt**
mit NSK 14 und Normhahn 3 NS
mit Hostaflon-Küken
- 525 **Blasenzähler nach Hettstedt mit NSK 14**
- 9060 **Kontrollthermometer mit Griff,**
mit NSK 14, 0—250° C, EL 60 mm
- 9407 **Auffanggefäß mit Druckausgleich,**
Volumen 2000 ml, mit KSS 35, KSK 35
und Glasnadelventil
- 9408 **Molekularsiebsäule, Länge 1000 mm, Ø 50 mm**
mit KSS 35, NSK 29 und NSH 14,
mit Fritte D00 und Normhahn 4 NS
mit Hostaflonküken, komplett
mit Doppelblasenzähler mit NSH 14
- 9409 **Stickstoffkolben mit NSH 29**
und Normhahn 3 NS mit Hostaflonküken,
Volumen 500 ml
- 9410 **Vorrats-Standflasche,**
wahlweise braun oder weiß,
mit NSH 29, Volumen 1000 ml
- 9411 **dto., Volumen 2000 ml**
- 9412 **Stickstoff-Aufsatz mit NSH 29, NSK 29,**
Verbindungshahn 3 NS und
Verbindungshahn 3 NS mit Hostaflonküken
(2 St.)

* Dieser Kolonnenkopf kann auf Wunsch auch zur elektronischen Rücklauf-Regelung hergestellt werden.

Duran 50/Solidexglas

1013 **Normschliff-Stopfen** NSK 29 (3 St.)

7002 **Kugelschliff-Klemmen** KS 35 (3 St.)

7002 **Kugelschliff-Klemme** KS 18

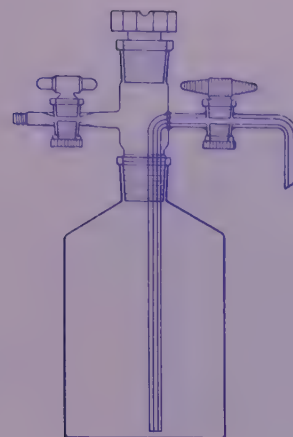
8701KOL **Kolonnenverschraubung** KS 55*)

9413 **Molekularsieb** (1 kg); nicht regeneriert

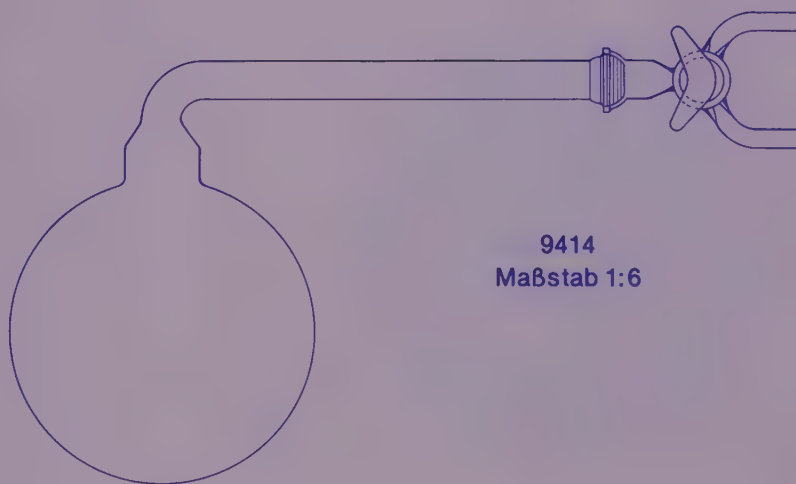
9414 **Regenerierungsgefäß** mit KSK 35,
Volumen 2000 ml, komplett mit
Czako-Gabelstück 6 NS und KSS 35

749 **Gewindeanschlußkupplung** Rd 14
(Material: Hostaflon ET) (9 St.)

748 **Gewindereduzierstücke** Rd 14/Rd 10
(Material: Hostaflon ET) (3 St.)



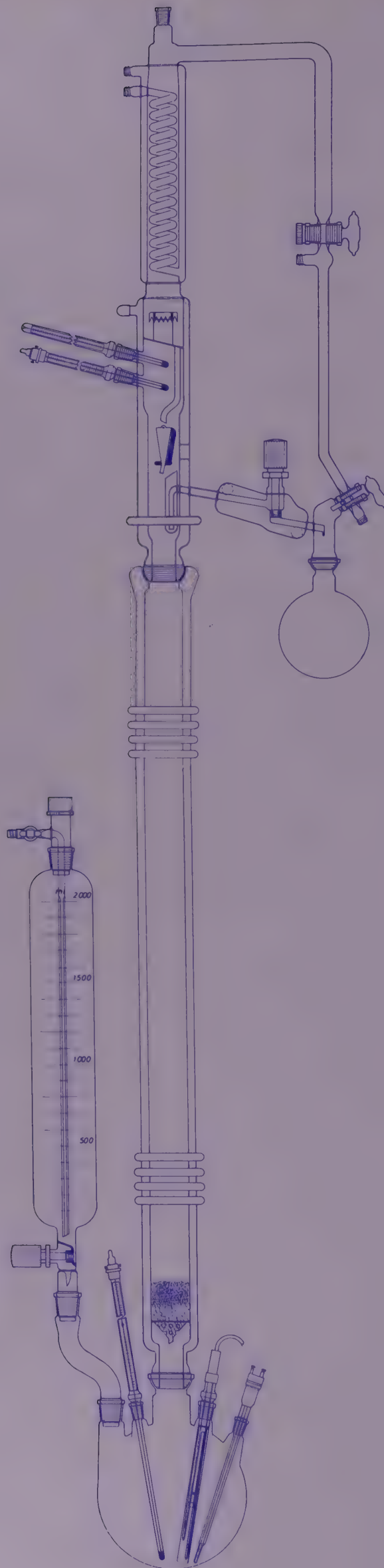
9410
9412
Maßstab 1:6



9414
Maßstab 1:6

Zur **Reindarstellung von Lösungsmitteln** hat sich die umstehende Rektifikationsanlage sehr gut bewährt. Selbst die für Rückstandsanalysen in **Uvasol**-Reinheit benötigten Lösungsmittel lassen sich teilautomatisiert gewinnen.

*) s. S. 46



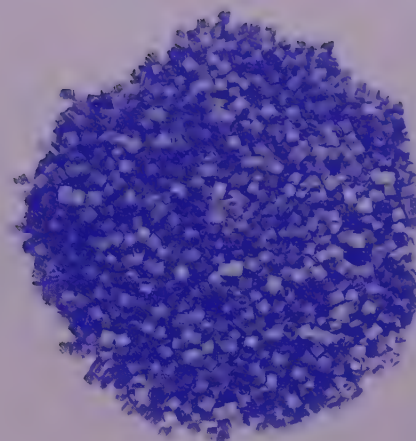
Rektifikationsanlage
zur Reindarstellung von
Lösungsmitteln,
Maßstab 1:8

Duran 50/Solidexglas

Elektronisch geregelte Kolonnenköpfe (Flüssigkeitsteiler)*)
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel, mit Glasnadel-
ventil im Flüssigkeitsablauf, komplett mit Magnet,**)
Magnetkabel, Diodenstecker und 6 Gewindeschlauchan-
schlüssen (Hostaflon ET).

Als Thermometerschliffe dienen 2 NSH 14.

	Eingangs- schliff	Abnahme- schliff	max. Durch- satz [ca. l/h]
9092cV	KSK 35	KSK 35	7
9092eV	KSK 55	KSK 35	12
9092fV	KSK 75	KSK 35	18

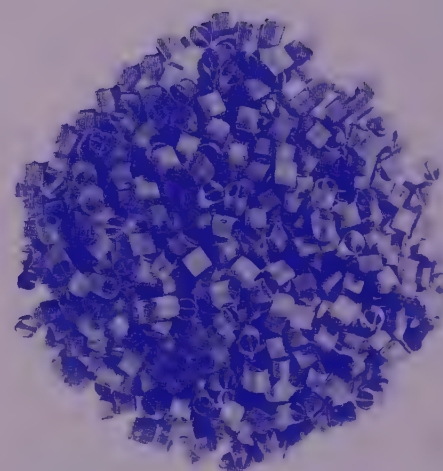


9403

Vakuummantel-Füllkörperkolonnen***)

mit silberspiegeltem Hochvakuummantel (10^{-6} Torr),
Dehnungsbalgen und Sichtstreifen. Der Kopfschliff ist in den
Vakuummantel einbezogen.

	Kopfschliff	innerer ø [mm]	Füllhöhe [mm]	Basisschliff
8003/100aKS	KSS 35	30	1000	KSK 35
8045/100 KS	KSS 55	50	1000	KSK 55
8061/100 KS	KSS 75	65	1000	KSK 75



9403a

9403 Maschendrahringe V4A

3 x 3 mm, 2500 M/cm²

[ml]	f. Kolonne
750	8003/100aKS
2000	8045/100 KS
3500	8061/100 KS

9403a Maschendrahringe V4A

6 x 6 mm, 1500 M/cm²

Zur Abdeckung der weiten Löcher im Füllkörper-Auf-
lagekörbchen der Kolonnen werden jeweils 250 ml
der Maschendrahringe 6 x 6 mm benötigt.

Fünfhals-Destillationskolben

mit zentralem Kugelschliff, 2 seitlichen schräg angesetzten
NSH 14, 1 NSH 29 (gerade angesetzt) und NSH 19

	Volumen [ml]	Kugelschliff (Schale)
7062	2000	KSK 35
7063	4000	KSS 55
7064	6000	KSS 75

9416 Bogenstück

mit NSK 29 und NSH 29

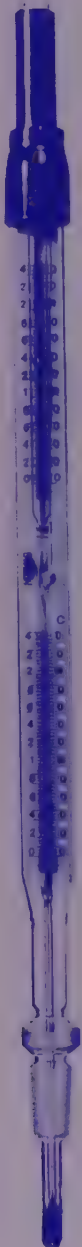
*) vgl. S. 62

**) s. S. 146, Normag-Nr. 9505

***) vgl. Ss. 27 und 28



9060



9195d



9418

Dosiertrichter*)

mit NSK 29, NSH 29, mit einsetzbarem Marriotte'schen Rohr
mit Normhahn 3 NS, graduert.

	Volumen [ml]
8054/1000	1000
8054/2000	2000

Kolonnen-Verschraubungen)**

Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

	f. Kolonnen- kopfschliff
8699 KOL	KSS 35
8701 KOL	KSS 55
8703 KOL	KSS 75

Kugelschliff-Verschraubung **)

Material: Pertinax mit Hostaflon®-Sprengringen

	f. Kolonnen- basisschliff
8699 N	KSK 35
8701 N	KSK 55
8703 N	KSK 75

9060 **Kolonnenkopf-Kontrollthermometer NSK 14**
0—250° C : 1/1°, EL 60 mm

9195d **Kolonnenkopf-Kontaktthermometer NSK 14**
0—250° C, EL 60 mm

9195d **Sumpf-Kontaktthermometer NSK 14**
0—250° C

Einbaulänge [mm]	für Kolben (Volumen [ml])
180	2000
220	4000
260	6000

9418 **Widerstandsthermometer Pt 100 NSK 14**

Einbaulänge [mm]	für Kolben (Volumen [ml])
180	2000
220	4000
260	6000

*) vgl. Ss. 122—128

**) vgl. S. 48

Duran 50/Solidexglas

8107 **TRITRON** elektronischer Leistungsregler*)
(Proportionalregelung)

8108 **SECURAT** Wassermangelsicherung**)
(lageunabhängig, einstellbare Empfindlichkeit)

8108a **Magnetventil**)**
Wasserleitungsanschlußgewinde: 1/2", wahlweise 3/4"

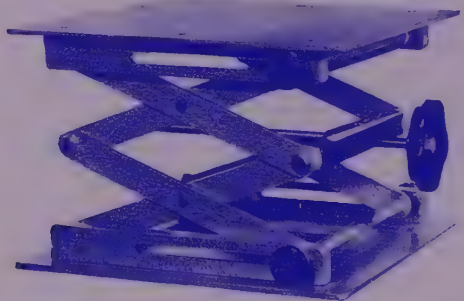


9419

9094 **NORMATRON** elektronisches Steuergerät***)

9419 **Pilz®-Heizhaube**
220 Volt, 50 Hz

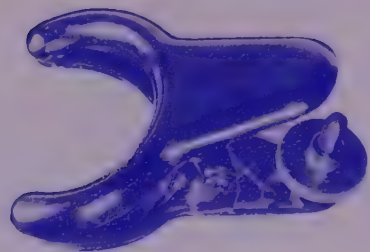
	für Kolben (Volumen [ml])
G2R/2/D	2000
G4R/4/D	4000
G4R/6/D	6000



9420

9420 **Hebebühne** 30 x 30 cm

7048 **Abnahmekolben** KSS 35
Volumen 250 500 1000 ml



7002

7002 **Kugelschliffklemme** KS 35

*) vgl. Ss. 154 und 155
**) vgl. Ss. 157 und 158
***) vgl. Ss. 139—144



9421 **Stativ**, fahrbar, kompletter, trapezförmiger Aufbau mit allen, zum Aufbau der Rektifikationsanlage benötigten Muffen und Halterungen, Bauhöhe 3 m

Dreckkolonne

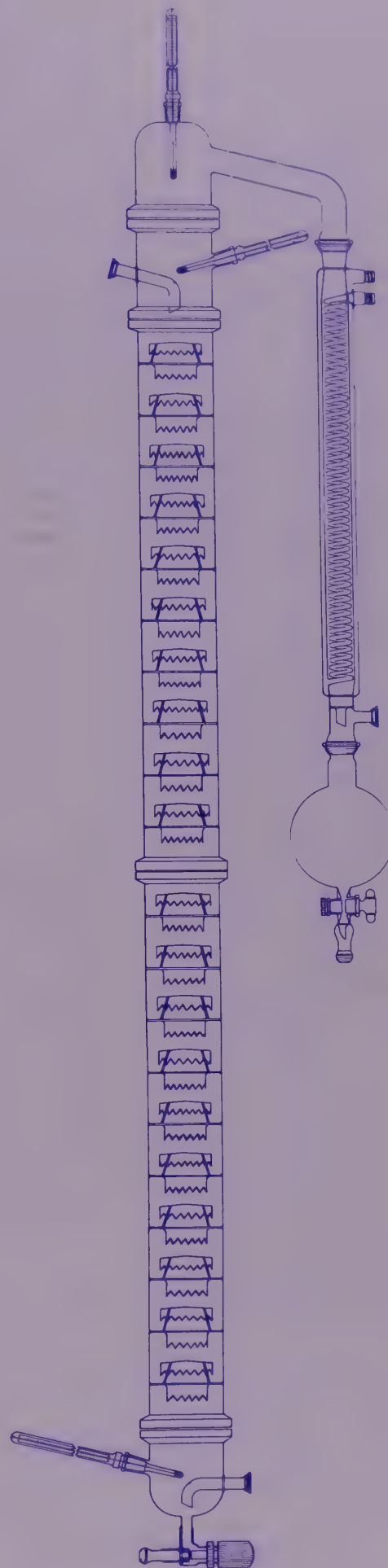
(Destillationskolonne für feststoffhaltige Produkte) nach Bitners

Feststoffhaltige Flüssigkeitsgemische der Destillation zu unterwerfen, ist bisher in den meisten Fällen nur technisch gelöst worden. Zum Studium solcher Vorgänge im Laboratorium standen bisher keine Geräte zur Verfügung. Die in dem zu trennenden Gemisch mehr oder weniger grob suspendierten Feststoffe können in den üblichen Laborkolonnen — Füllkörper- oder Bodenkolonnen — nach kurzer Arbeitszeit Verstopfungen verursachen, die notgedrungen zum Abbruch des Destillationsversuches führen.

Hier schafft die neue Destillationskolonne für feststoffhaltige Produkte, die sich durch besondere Unempfindlichkeit gegenüber Verstopfung durch Feststoffe auszeichnet, Abhilfe. Weite Durchgänge beugen der genannten Gefahr vor. Anders aber als z. B. bei einer Vigreux-Kolonne, die ja auch einen weiten Durchgang aufweist, wurde hier eine Bodenform geschaffen, die — bei einfacher Bauweise — einen ständigen und unter den gegebenen Umständen optimalen Austausch zwischen flüssiger und dampfförmiger Phase ermöglicht. Dieser Stoffaustausch findet an dem von den Zacken des Schirmes und des abwärts gekehrten Bodenkamins abtropfenden Flüssigkeitsschleiers statt.

Außerdem erfolgt auch noch ein Austausch der Phasen auf den Schirm- und Boden-Oberflächen. Hier erfährt jedoch — und das ist wesentlich — die in Tröpfchen herunterfallende flüssige Phase ständig eine neue gegenseitige Durchmischung. Dabei ist eine gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung auf den einzelnen Böden der Kolonne für einen optimalen Betrieb derselben unbedingt erforderlich. Durch weitestgehend waagerechtes Einbauen der Schirme und Böden und durch eine große Gleichmäßigkeit der Zacken dieser Einbauten wird diese Vorbedingung erfüllt.

Beispiele, wie die Destillationskolonne für feststoffhaltige Produkte vorteilhaft eingesetzt werden kann, sind: Verseifungsreaktionen mit Kalkmilch; Monomeren-Abtrennung aus wäßrigen Polymer-Suspensionen; Destillation von noch Monomer-Anteile enthaltenden Abwässern aus Polymerisationsreaktionen; Fällungen von in organischen Lösungsmitteln gelösten, aber wasserunlöslichen Farbstoffen (Pigmenten) durch Einblasen von Wasserdampf (Bildung wäßriger Suspensionen) etc.



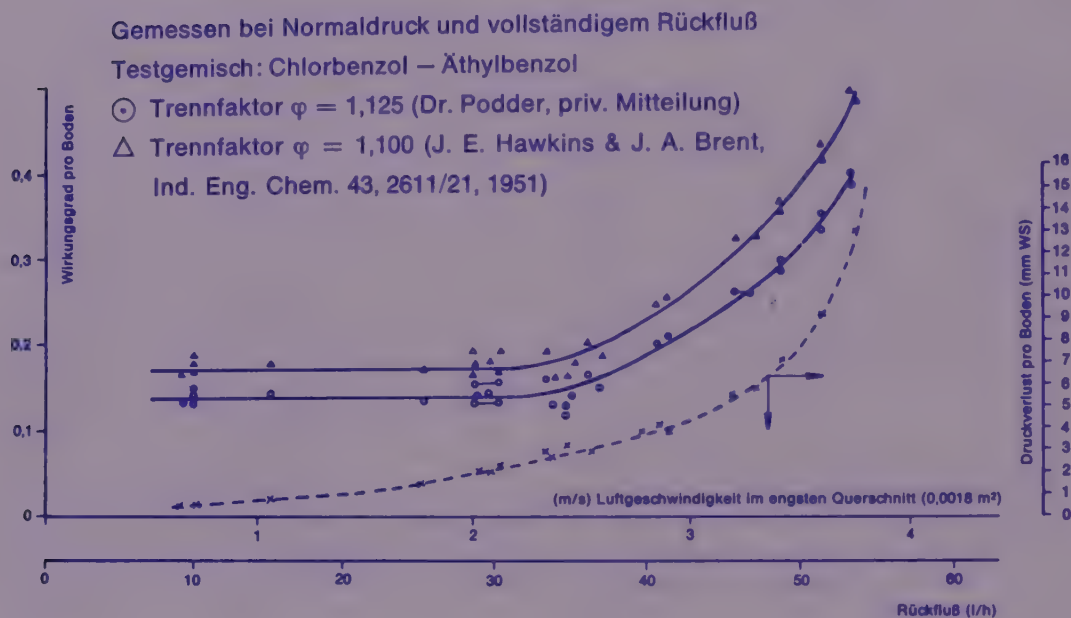
8450

Maßstab 1:8

Dreckkolonne

(Destillationskolonne für feststoffhaltige Produkte)
nach Bitners

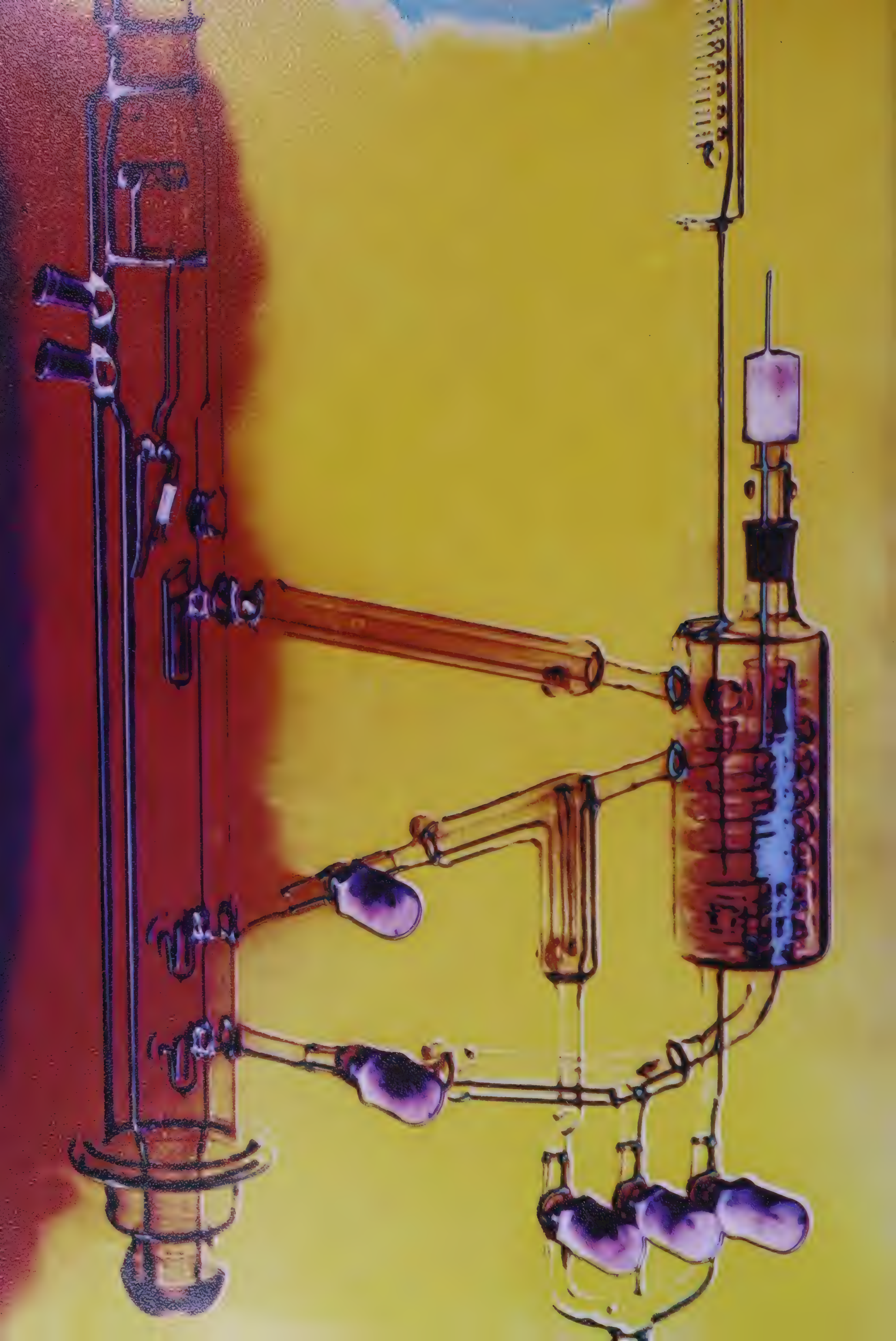
Der Wirkungsgrad der Kolonne in Abhängigkeit von der Belastung in l/h kann dem nachstehenden Diagramm entnommen werden:



8450 **Dreckkolonne**, komplett lt. Abb.
bestehend aus:

- Kolonnenschuß** mit 2 Flanschverbindungen NW 100,
mit 10 praktischen Böden (2 St.)
- Basisstück** mit Flanschverbindung NW 100,
Thermometerschliff NSH 14, KSS 28
und KSK 28
- Glasnadelventil**, lichte Weite 12 mm,
mit KSS 28 und KSK 28
- Zulaufstück** mit Flanschverbindungen NW 100,
Thermometerschliff NSH 14 und KSS 28
- Kopfstück** mit Flanschverbindung NW 100,
Thermometerschliff NSH 14 und KSK 55
- Intensivkühler** mit angeschmolzenem Vakuumvorstoß,
mit KSS 55, KSK 55 und KSS 28, Kühlerlänge 100 cm
- Vorlagekolben**, Volumen 6000 ml,
mit KSS 55, Ablaß-Normhahn 4 NS und KSK 28

Als Flanschverbindung NW 100 stehen wahlweise Schott- oder Quickfit-fabrikat zur Verfügung.





Azeotrope Destillation

Laborapparaturen zur azeotropen Destillation

Wie aus der physikalischen Chemie bekannt, ist für die Destillation nicht allein der Unterschied der Siedepunkte zweier Substanzen entscheidend. Die Möglichkeit, chemische Substanzen durch Destillation und Rektifikation zu trennen, beruht vielmehr auf der Tatsache, daß Stoffgemische im allgemeinen in der Dampfphase eine andere Zusammensetzung haben als im flüssigen Zustand. Es bildet sich von der Flüssigkeit zum Dampf eine Konzentrationsdifferenz aus, die, wenn sie groß genug ist, zu einer nahezu vollständigen Trennung der Komponenten ausreicht. Das ist bei den meisten im Labor üblichen Destillationsverfahren der Fall, denn normalerweise wählt man dieses Trennverfahren nur, wenn die Siedepunkte der beteiligten Stoffe nicht allzu nahe beieinanderliegen und folglich der Dampfdruck der einen Substanz viel höher liegt als der der höhersiedenden. Stets aber wird eine — oft allerdings kaum meßbare — kleine Menge der höhersiedenden Substanz mit übergehen, entsprechend dem Verhältnis der Partialdrücke.

Je kleiner die Konzentrationsdifferenz zwischen flüssiger und gasförmiger Phase nun wird, um so schlechter wird der Trennpunkt. Um einen befriedigenden Reinheitsgrad zu erreichen, läßt man deshalb viele Einzeldestillationen nacheinander ablaufen: man verwendet eine Kolonne, auf deren Böden sich viele Male hintereinander der Destillationsvorgang abspielt. Durch Addition der Konzentrationsdifferenzen wird schließlich eine Phase angereichert.

Ein Sonderfall ist nun die Bildung eines azeotropen Gemisches. Hier wird die Konzentrationsdifferenz zwischen Flüssigkeit und Gasphase gleich Null; Flüssigkeit und Dampf haben die gleiche Zusammensetzung. Damit würde die Destillation als Trennverfahren versagen, wenn es nicht mit einigen Hilfsmitteln und Kunstgriffen gelänge, das Dampfdruckgleichgewicht zu verschieben. Von dieser Möglichkeit und den dazu geeigneten Laborgeräten soll hier die Rede sein. Doch zunächst ein kleiner Ausflug in die Theorie.

Gleichgewichtskurven binärer Gemische

Betrachten wir zwei vollständig miteinander mischbare Flüssigkeiten als einfachsten Fall, der auch die Regel bildet, weil man nichtmischbare Flüssigkeiten auf andere Weise trennen kann. Die Zusammensetzung der Dampfphase wird von einer gegenseitigen Einwirkung der Moleküle aufeinander abhängen. Soweit es sich um chemisch ähnliche Stoffe handelt, wirken die Moleküle mit praktisch den gleichen Kräften sowohl als Reinsubstanz als auch in der Mischung aufeinander. Solche Mischungen bezeichnet man als ideal. Nach dem Raoult'schen Gesetz [1] gilt dann für die partialen Dampfdrücke:

$$p_1 = P_1 x_1; p_2 = P_2 x_2 \quad (1)$$

p_1, p_2 = Partialdampfdruck

P_1, P_2 = Dampfdruck der reinen Komponenten

x_1, x_2 = Konzentration der Komponenten (Molenbruch) in der Flüssigkeit

Nach dem Dalton'schen Gesetz [2] gilt für die Partialdrücke:

$$p_1 = x'_1 P \quad p_2 = x'_2 P$$

P = Gesamt-Dampfdruck über der Flüssigkeit

x'_1, x'_2 = Konzentration der Komponenten (Molenbruch) im Dampf. Bei Siedegleichgewicht muß gelten:

$$p_1 = P_1 \cdot x_1 = x'_1 \cdot P \text{ und } p_2 = P_2 \cdot x_2 = x'_2 \cdot P$$

Division der Gleichungen ergibt:

$$\frac{x'_1}{x'_2} = \frac{P_1}{P_2} \cdot \frac{x_1}{x_2} \quad \text{oder, nach Einführung von } \alpha = \frac{P_1}{P_2}, \quad \frac{x'_1}{x'_2} = \alpha \frac{x_1}{x_2}$$

α = relative Flüchtigkeit (Trennfaktor, Dampfdruckverhältnis). Vereinbarungsgemäß ist dem höhersiedenden Stoff (niederer Dampfdruck) P_2 zugeordnet; der Zahlenwert von α ist damit stets größer als 1. Die relative Flüchtigkeit α regelt also bei idealen Mischungen das Konzentrationsverhältnis im Dampf und ist entscheidend für die Trennbarkeit des Gemisches.

Nun zeigen nicht alle Gemische ein ideales Verhalten im Sinne des Raoult'schen Gesetztes, weil die intermolekularen Kräfte in der Mischung anders sind als in den Reinsubstanzen für sich allein. Die relative Flüchtigkeit α läßt sich dann nicht mehr rechnerisch, sondern nur noch experimentell bestimmen. Dies veranschaulichen die Diagramme 1 und 2. Abbildung 1 zeigt die Zusammensetzung der flüssigen und dampfförmigen Phase eines binären Gemisches. Diagramm 2 gibt für verschiedene Lösungstypen die Kurven der Gleichgewichtszustände zwischen Flüssigkeit und Dampf an. Dabei entspricht I einer idealen Mischung, die Kurve bildet einen deutlichen „Bauch“ über der 45°-Linie; die Dampfphase enthält erheblich mehr leichtflüchtige Anteile als die Flüssigkeit. Je weiter die Kurve ausgebaucht ist, um so besser ist der Trenneffekt. Kurve II zeigt das Verhalten einer nicht idealen Mischung. Die Konzentrationsdifferenz ist merklich geringer, der Trenneffekt wird schlechter.

Kurve III verläuft völlig anders. Sie schneidet bei einem Wert von ungefähr 80% die 45°-Linie, d. h. der Anteil der niedrigsiedenden Substanz im Dampf wird geringer als in der Flüssigkeit, eine Mischung aus 80% leichtsiedender und 20% höhersiedender Substanz destilliert unverändert über. Es hat sich ein azeotropes Gemisch gebildet, die Konzentrationen in Flüssigkeit und Dampf sind gleich.

Dabei lassen sich zwei Typen unterscheiden. Das Minimum-Azeotrop, das wesentlich häufiger auftritt und auch die größere praktische Bedeutung besitzt, hat von allen möglichen Zusammensetzungen den niedrigsten Siedepunkt, niedriger als die Siedepunkte beider Bestandteile für sich allein. Bei der Destillation geht zunächst dieses Gemisch über, anschließend die übrigbleibende Komponente. Bei der zweiten Gruppe, den Maximum-Azeotropen, destilliert zunächst der Bestandteil rein ab, der im Überschuß vorhanden ist, anschließend ein Azeotrop mit niedrigem Dampfdruck und damit höherem Siedepunkt.

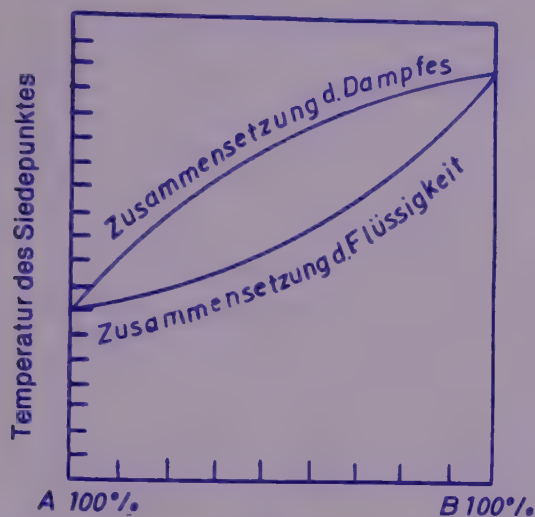


Abb. 1: Zusammensetzung der flüssigen und dampfförmigen Phase eines idealen binären Gemisches in Abhängigkeit von Zusammensetzung und Siedepunkt (nach FÜRST, Laboratoriumstechnik der organischen Chemie, Berlin, 1961).

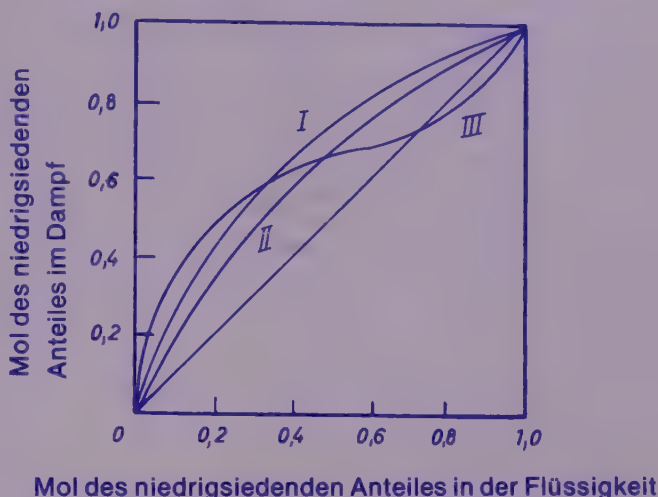


Abb. 2: Kurven der Gleichgewichtszustände zwischen Flüssigkeit und Dampfphase. I: ideale Mischung; II: nicht ideale Mischung; III: azeotrope Mischung (nach FÜRST, Laboratoriumstechnik der organischen Chemie, Berlin, 1961).

Beispiel für ein Minimum-Azeotrop ist die Mischung aus 95,57 Gew. % Äthanol und 4,43 Gew. % Wasser, die bei 78,15° C siedet. Je nach der Ausgangsmischung verbleibt in der Destillationsblase überschüssiger Alkohol (Siedepunkt 78,3° C) oder — häufiger — Wasser. Ein Maximum-Azeotrop bilden Phenol und Cyclohexanol, die gemeinsam bei 182,5° C siedet. Die Siedepunkte von reinem Phenol (181,4° C) und Cyclohexanol (160° C) liegen darunter. Trotzdem siedet das Gemisch nach Verdampfung der überschüssigen Komponente erst bei Maximaltemperatur.

Verantwortlich für das Entstehen eines azeotropen Gemisches sind physikalische oder chemische Wechselwirkungen zwischen den Molekülen der Komponenten. EWELL, HARRISON und BERG teilen die Flüssigkeiten in fünf Klassen auf, aus denen man die Entstehung eines Azeotrops ungefähr abschätzen kann [2]. Diese Klassifizierung richtet sich nach der Fähigkeit der Substanzen, mehr oder weniger starke H-Brückenbindungen bilden zu können.

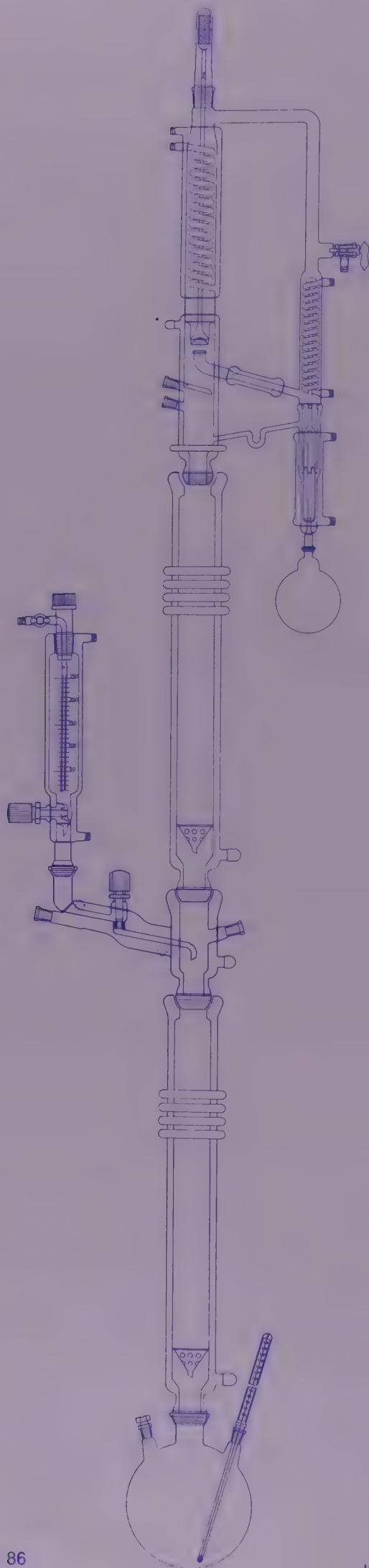
Die Bildung eines azeotropen Gemisches ist druckunabhängig. Es kann durchaus vorkommen, daß ein Gemisch bei Atmosphärendruck ein Azeotrop bildet, bei niedrigen Drücken aber durch Destillation getrennt werden kann. Ein Beispiel dafür ist das Gemisch Methanol-Aceton [3]. Unter 200 Torr bildet sich kein Azeotrop, Aceton geht als niedrigsiedende Substanz zuerst über. Von 200 Torr bis etwa 15 atü siedet das Gemisch azeotrop, wobei sich aber mit steigendem Druck das Mischungsverhältnis zugunsten des Methanols ändert. Bei noch höherem Druck kann man reines Methanol abdestillieren. Aceton hat bei diesem Druck einen höheren Siedepunkt.

Im Labor macht man sich eine weitere Erscheinung gern zunutze: Aus einem Mehrkomponentengemisch können zwei Komponenten azeotrop abdestillieren, die nach dem Kondensieren in der flüssigen Phase nicht mehr mischbar sind und sich trennen. Man spricht dabei von Hetero-Azeotropen. Besonders bei Veresterungsreaktionen sowie bei der Wasserdampfdestillation wird von dieser Eigenschaft Gebrauch gemacht.

Durch geeignete Zusätze schließlich läßt sich auch das azeotrope Gleichgewicht verschieben oder durch Bildung neuer Azeotrope die Trennung erreichen. Ein bekanntes Beispiel dafür ist das Verfahren von YOUNG [4] zum Herstellen von wasserfreiem Äthanol durch Destillation mit Benzol. Benzol, Alkohol und Wasser bilden ein ternäres Azeotrop vom Siedepunkt 64,85° C, das sich beim Kondensieren in zwei Phasen trennt. Die untere Schicht enthält den Großteil des Wassers neben wenig Alkohol, die obere nur geringe Mengen. Auf diese Weise läßt sich das Wasser aus dem Gemisch ohne große Verluste „auskreisen“. Das überschüssige Benzol kann dann in einer Kolonne vom Äthanol abgetrennt werden.

Wasserdampfdestillation

Entsprechend den vielfältigen Eigenschaften von azeotropen Gemischen gibt es zahlreiche Varianten bei den Laborgeräten, z. B. um leichtere oder schwerere Phasen abzutrennen, um das Schleppmittel wieder in die Blase zurückzuführen usw. Der einfachste Fall ist die Wasserdampfdestillation. Im Kolben wird Wasserdampf erzeugt, der durch ein Dampfeinleitrohr in den Destillationskolben strömt und die flüchtigen Anteile mitreißt, die mit Wasser azeotrop siedet. Der Dampf wird im nachgeschalteten Kühler kondensiert und der Vorlage zugeführt.



Wegen des niedrigen Siedepunktes — unter 100°C — ist das zwar ein sehr schonendes Verfahren, doch besitzt es zwei Hauptnachteile. Meist kondensiert Wasserdampf in der Blase und führt zu Schwierigkeiten durch Spritzen. Außerdem sammelt sich naturgemäß in der Vorlage viel überschüssiges Wasser an. Den ersten Fehler kann man durch — vorsichtiges — Erwärmen ausgleichen. Den zweiten Nachteil kann man nur beheben, indem man das Azeotrop in einer aufgesetzten Kolonne vom überschüssigen Wasserdampf trennt. Dann wird auch der herkömmliche Dampferzeuger überflüssig und man kann die Mischung mit der entsprechenden Menge Wasser im Siedekolben direkt erhitzen. Da das Wasser ständig zurückgeführt wird, können weder Überhitzung noch Trockenkochen mehr erfolgen. Zudem läßt sich nach der Phasentrennung das abgeschiedene Wasser wieder in die Destillierblase zurückgeben.

Destillation von Hetero-Azeotropen

Eine derartige moderne Apparatur zeigt Abbildung 3. Diese Apparatur ist nun nicht mehr auf die Wasserdampfdestillation allein beschränkt, sondern es lassen sich mit ihr auch Trennungen anderer Hetero-Azeotrope durchführen.

Sie ist in unserem Beispiel für die Abnahme der schwereren Phase und Rückführung der leichteren Flüssigkeit auf die Kolonne ausgelegt, wobei die Ausgangssubstanz kontinuierlich eindosiert wird. Die Ausgangsmischung tropft aus dem beheizbaren Dosiertrichter (1) über das Zulaufstück (2) zwischen die beiden Vakuummantel-Kolonnen (3 und 4) und wird rektifiziert. Im Kolonnenkopf (5), der eine magnetische Rücklaufteilung besitzt, wird ein Teil der Dämpfe abgenommen, in den Kühlern (6 und 7) kondensiert und in die Trennvorrichtung (8) gegeben. Von hier tropft die spezifisch schwerere Phase in den Vorlagekolben (9), während die leichtere im Gegenstrom auf die Kolonne gegeben wird und sich im Siedekolben (10) anreichert.

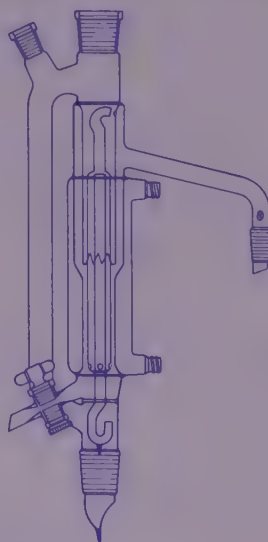


Abb. 4:

Azeotrop-Kolonnenkopf zur Entnahme der spezifisch leichteren Phase (links).

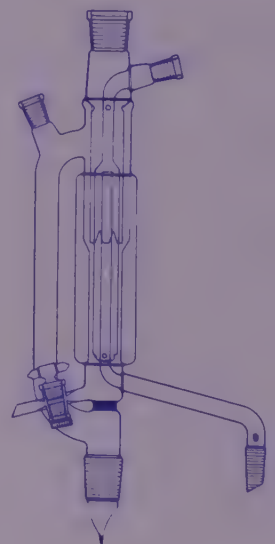


Abb. 5:

Azeotrop-Kolonnenkopf zur Entnahme der spezifisch schwereren Phase (rechts).

Abb. 3:

Moderne Apparatur zur Trennung von Hetero-Azeotropen. In diesem Beispiel wird die schwerere Phase abgenommen. 1: Dosierbehälter; 2: Zulaufstück; 3, 4: Vakuummantel-Kolonnen; 5: Kolonnenkopf; 6, 7: Kühler; 8: Phasentrenner; 9: Vorlagekolben; 10: Siedekolben.

Einfache Azeotrop-Kolonnenköpfe

Je nachdem, ob die spezifisch leichtere oder schwerere Phase abgezogen werden soll, unterscheiden sich die entsprechenden Kolonnenköpfe. Die Abbildungen 4 und 5 erläutern zwei Konstruktionen, die auch bei Dichteschwankungen im Destillat völlig selbsttätig arbeiten. Diese Köpfe werden auf eine Vakuummantel-Kolonne gesetzt und mit einem Rückflußkühler versehen. Vor Destillationsbeginn füllt man das Schleppmittel bis zum Überlauf in den Phasentrenner ein. Bei der Destillation strömt der aufsteigende Dampf über das außenliegende Dampfrohr in den Kühler und wird kondensiert. In einem System konzentrischer Röhren teilt sich dann das Destillat. Eine Phase geht als Rücklauf in die Kolonne zurück, während die andere seitlich abgezogen wird. Ein Temperiermantel um die Trennvorrichtung kann den Trennvorgang durch Kühlen oder Erwärmen beschleunigen.

Die inneren Trennwände des Gerätes sind so eingepaßt, daß sie eine völlig automatische Trennung ohne Einstellung auf das vorliegende Dichteverhältnis ermöglichen, und zwar in einem Verhältnis von 0,6 : 1 bis 0,95 : 1 bei Abnahme der spezifisch leichteren Phase und 1,6 : 1 bis 1,05 : 1 bei Entnahme der spezifisch schwereren Flüssigkeit. Auch bei kontinuierlicher Veränderung des Dichteverhältnisses arbeiten die Geräte störungsfrei. Die Menge des Schleppmittels bleibt während der Destillation praktisch konstant, da nur der kleine Anteil ausgetragen wird, der im Destillat gelöst ist. Auch bei einer Wasserdampfdestillation genügt es, wie erwähnt, die benötigte Wassermenge in den Siedekolben zu geben, weil die wäßrige Phase ständig zurückfließt. Da der Azeotropkopf nur die abgetrennte Phase zur Vorlage leitet, entfällt auch das umständliche Hantieren mit großen Kondensatmengen. Es genügen kleine Vorlagekolben.

Azeotropköpfe mit elektronisch geregelter Rücklaufteilung

Die Azeotropköpfe (Abb. 6 und 7) vereinigen die Phasentrennvorrichtung mit einer magnetisch betätigten Rücklaufteilung, die nach dem Dampfteil-Prinzip arbeitet. Dadurch werden Schwierigkeiten vermieden, wie sie bei zweiphasigen Systemen durch kapillare Erscheinungen auftreten können. Der homogene Dampf passiert das Teilerventil störungsfrei und reproduzierbar. Das Magnetventil hat zwei Stellungen: es öffnet den Weg zum Abnahmekühler und versperrt den Rücklaufkühler bzw. umgekehrt. Das Rücklaufverhältnis ist einfach durch Variation der Öffnungs- und Schließzeiten des Ventils einstellbar, z. B. mit Hilfe eines elektronisch gesteuerten Zeitschaltgerätes^{*)}. Die abgezweigte Dampfmenge wird, wie oben beschrieben, in der Trennvorrichtung in zwei Phasen zerlegt und ausgetragen.

Die magnetische Rücklaufteilung hat sich besonders bei engsiedenden Azeotropgemischen bewährt, die zur Trennung ein hohes, konstantbleibendes Rücklaufverhältnis verlangen.

Literatur:

- [1] z. B.: FÜRST, Laboratoriumstechnik der organischen Chemie, Berlin, 1961, Seite 354 f.
- [2] R. H. EWELL; J. M. HARRISON und L. BERG: Ind. Engng. Chem., 36, 871 (1944)
- [3] E. C. BRITTON u. a.: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit., 19, 601 (1947)
- [4] W. G. YOUNG und Z. JASAITIS: J. Amer. chem. Soc., 58, 377 (1936)

^{*)} NORMATRON 75, bzw. MIKROMAT III, s. Ss. 138—144, bzw. S. 145

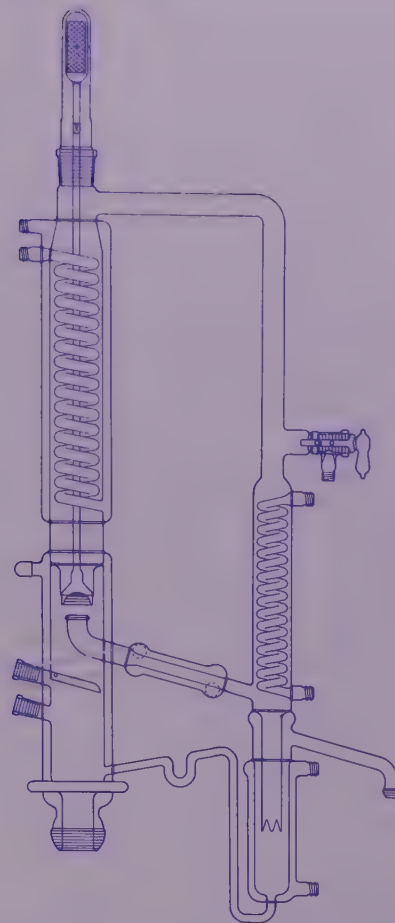


Abb. 6:
Azeotrop-Kolonnenkopf mit magnetisch betätigter Rücklaufteilung und nachgeschalteter Phasentrennung, Entnahme der leichteren Phase

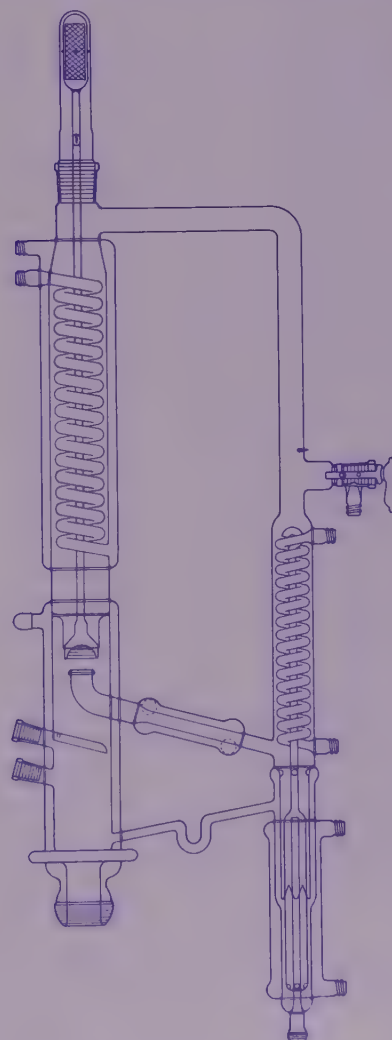
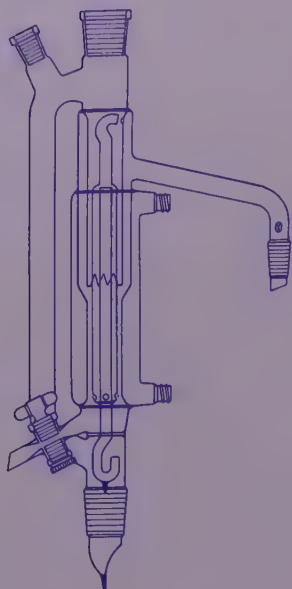


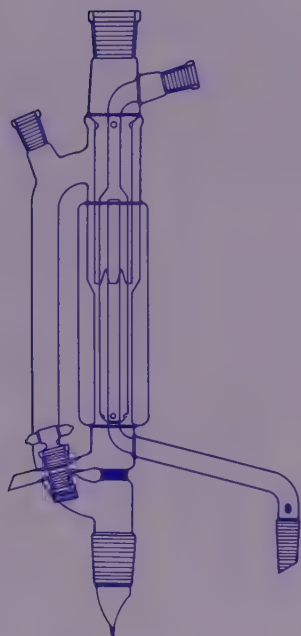
Abb. 7:
Azeotrop-Kolonnenkopf mit magnetisch betätigter Rücklaufteilung und nachgeschalteter Phasentrennung, Entnahme der schwereren Phase



9096
Maßstab 1:6

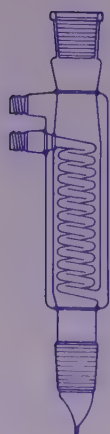
Azeotrop-Kolonnenköpfe

- 9096 **Azeotrop-Kolonnenkopf**
zur Entnahme der spezifisch leichteren Phase, mit NSH 29, NSK 29,
Thermometerschliff NSH 14, Abnahmeschliff NSK 14 und
Entleerungs-Normhahn 3 NS



9097
Maßstab 1:6

- 9097 **Azeotrop-Kolonnenkopf**
zur Entnahme der spezifisch schwereren Phase mit NSH 29,
NSK 29, Thermometerschliff NSH 14, Abnahmeschliff NSK 14 und
Entleerungs-Normhahn 3 NS



1073a
Maßstab 1:6

- 1073a **Intensivrückflußkühler** mit Abtropfspitze,
mit NSH 29, NSK 29, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen
(Hostafion ET), Mantellänge 25 cm

- 9060 **Griff-Thermometer** mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 50 mm

Über Azeotrop-Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.

Elektronisch geregelte Azeotrop-Kolonnenköpfe

Unsere elektronisch geregelten Azeotrop-Kolonnenköpfe vereinen zwei Funktionen in einem Gerät:

1. elektronisch geregelte Rücklaufteilung
2. nachgeschaltete Phasentrennung.

Die Rücklaufteilung erfolgt nach dem Dampfteil-Prinzip. Damit werden alle Schwierigkeiten durch kapillare Erscheinung, wie sie bei zwei-phasigen Flüssigkeitsgemischen auftreten, vermieden: der homogene Dampf passiert den Teilungsmechanismus störungsfrei und reproduzierbar. Die dem Destillatabnahme-Intervall entsprechende Dampfmenge wird nach ihrer Kondensation dem Phasentrennteil zugeführt. Dichteschwankungen der beiden Phasen verursachen keine Schwierigkeiten, der Phasentrennteil arbeitet selbsttätig.

Diese Geräte eignen sich besonders für hohe Trennleistungen. Engsiedende Azeotrop-Gemische verlangen hohe konstante Rücklaufverhältnisse, die durch **NORMATRON-** bzw. **MIKROMAT III-**Steuerung gewährleistet sind.

Zur Entnahme der spezifisch leichteren, bzw. der spezifisch schwereren Phase stehen zwei Typen zur Wahl:

9101a Elektronisch geregelter Azeotrop-Kolonnenkopf

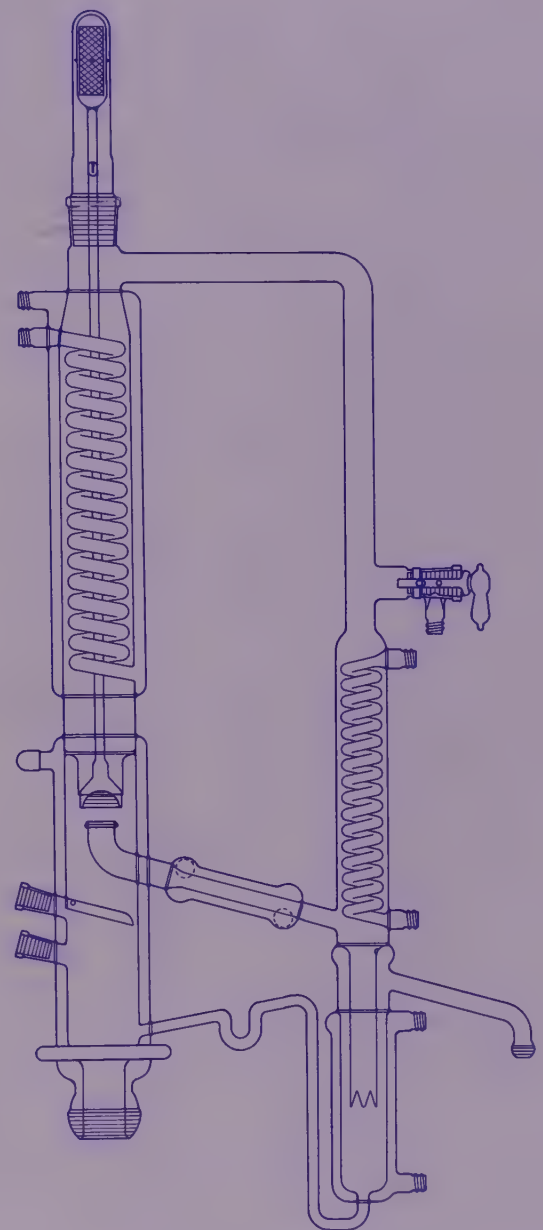
zur Entnahme der spezifisch leichteren Phase mit silberspiegeltem Hochvakuummantel, mit Kopfeingangsschliff KSK 55, Abnahmeschliff KSK 18 und Pumpen-Normhahn 6 NS, komplett mit 9 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafon ET). Als Thermometerschliffe dienen 2 NSH 14.

Dieser Azeotropkopf wird komplett mit Magnet*), Magnetkabel und Diodenstecker geliefert.

9060 Griff-Thermometer mit NSK 14
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d Schliff-Kontaktthermometer mit NSK 14
0—250° C, Einbaulänge 60 mm

Kontaktthermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.



9101a
Maßstab 1:6

Über Azeotrop-Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.

*) s. S. 146, Normag-Nr. 9515

Elektronisch geregelte Azeotrop-Kolonnenköpfe

9102a Elektronisch geregelter Azeotrop-Kolonnenkopf

zur Entnahme der spezifisch schwereren Phase, mit silberver-
spiegeltem Hochvakuummantel, mit Kopfeingangsschliff KSK 55,
Abnahmeschliff KSK 18 und Pumpen-Normhahn 6 NS, komplett
mit 9 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

Als Thermometerschliffe dienen 2 NSH 14.

Dieser Azeotropkopf wird komplett mit Magnet,^{*)} Magnetkabel und
Diodenstecker geliefert.

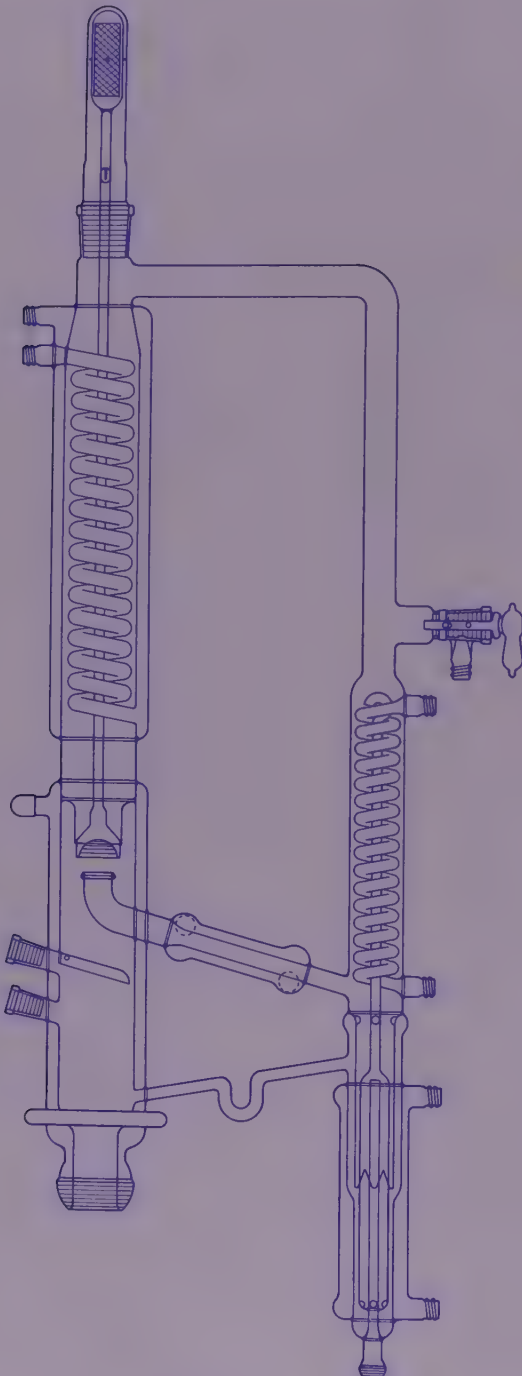
9060 Griff-Thermometer mit NSK 14

0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

9195d Schliff-Kontaktthermometer mit NSK 14

0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm

Kontaktthermometer werden komplett mit Kabel und Stecker geliefert.



9102a
Maßstab 1:6

Über Azeotrop-Kolonnenköpfe mit anderen Schliff-Größen unterbreiten
wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.

^{*)} s. S. 146, Normag-Nr. 9515

Azeotrop-Kolonnenkopf - System Chemische Werke H÷ls -

zur wahlweisen Abnahme der spezifisch leichteren/schwereren Phase

Gemenge von zwei oder mehr verschiedenen Flüssigkeiten, die einen bestimmten, konstanten Siedepunkt aufweisen, werden azeotropische Gemische genannt.

Azeotrope werden sowohl von mischbaren als auch von nicht mischbaren Flüssigkeiten gebildet. Bei den letzteren treten im Kondensat zwei flüssige Phasen von normalerweise unterschiedlichem spezifischem Gewicht auf.

Der neue **Azeotrop-Kolonnenkopf** — System Chemische Werke H÷ls — dient der wahlweisen Abnahme der spezifisch leichteren, bzw. der spezifisch schwereren Phase heterogener Azeotrope, ohne daß — wie bei den bisher bekannten Vorrichtungen erforderlich — ein zeitraubender Umbau der Destillations-Apparatur vorgenommen werden müßte.

Das Kernstück dieses Kolonnenkopfes stellt das **Phasentrenngefäß** dar, das durch eine eingeschmolzene Schlange kühlbar/heizbar ist. Die Temperierbarkeit dient der schnelleren Entmischung der kondensierten Azeotrope.

Der die spezifisch leichtere (schwerere) Phase beinhaltende Teil des Phasentrenngefäßes ist über eine durch ein Glasnadelventil absperrbare Rücklaufleitung mit dem Kolonnenkopf verbunden. Auch zwischen der jeweiligen Rücklauf- und Abnahmeleitung befindet sich als Absperrorgan ein Glasnadelventil.

Das vom elektronisch geregelten Kolonnenkopf im Rhythmus des eingestellten Rücklaufverhältnisses abgenommene Kondensat tritt durch ein Tauchrohr mit Entlüftungsöffnung in das Phasentrenngefäß ein.

Die spezifisch leichtere Phase fließt über den linken Überlauf und die obere Rücklaufleitung entweder über das Abnahmeventil zur Produktentnahme oder wird — bei geschlossenem Abnahmeventil — über den Syphon und das geöffnete Rücklaufventil auf die Kolonne zurückgegeben.

Die spezifisch schwerere Phase tritt durch das am Boden des Phasentrenngefäßes offene Scheiderohr in den Ringraum desselben ein und fließt über die Überlauföffnung einer Glocke in die untere Rücklaufleitung zum Abnahme- bzw. Rücklaufventil.

Die in dem Phasentrenngefäß sich bildende Trennschicht kann durch Verschiebung der Eintauchtiefe der Glocke in der Höhe verändert werden, um so z. B. bei schwieriger zu trennenden Emulsionen größere Verweilzeiten und damit bessere Entmischungen zu erreichen.

Die Glocke, die das Ablaufrohr kpg-artig dicht umschließen muß, wird durch eine Verschraubung in der gewählten Position festgehalten. Um ein Festfressen zu vermeiden, ist die Glocke innen mit einer Hostaflon-H÷lse ausgekleidet.

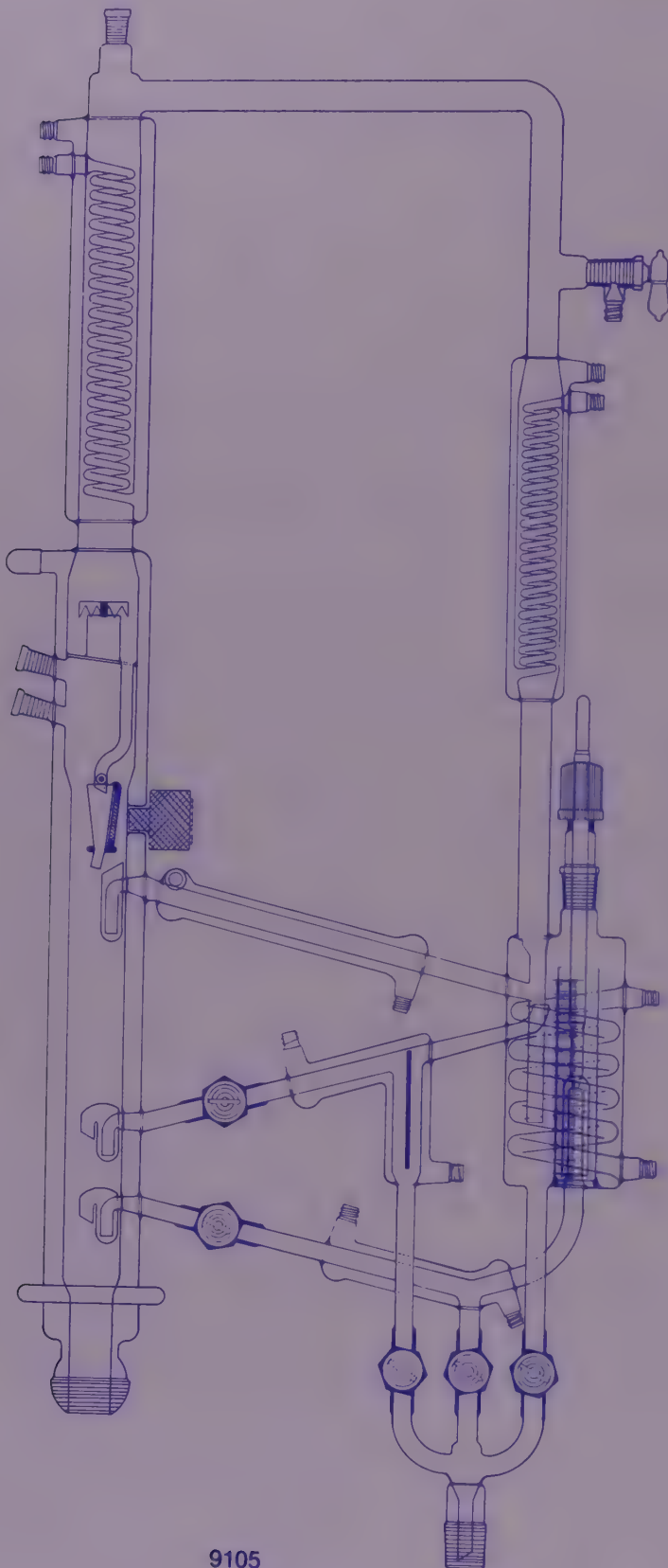
Zur Einstellung gewünschter Temperaturen sind die Kondensatleitung und insbesondere die beiden Rücklaufleitungen mit getrennten Temperiermänteln versehen.

Über die Ablaufleitung rechts außen kann das Phasentrenngefäß vollständig entleert werden.

Einsatzmöglichkeit des neuen Kolonnenkopfes:

Bei der Aufarbeitung eines „Oxo“-Reaktionsgemisches (im Beispiel: Darstellung von „Oxo“-Butanol) werden

1. zunächst die Nebenprodukte (Aldehyde, Äther, Ketone, Formiate u. a.) mit Wasser azeotrop entfernt. Die Siedepunkte dieser Azeotrope, deren organische Bestandteile die spezifisch leichtere Phase bilden, liegen unter 90° C.
2. Das mit Butanol azeotrop anfallende, die spezifisch schwerere Phase bildende Wasser wird anschließend ausgekrist.
3. Schließlich werden die bei der „Oxo“-Reaktion entstandenen strukturisomeren Butanole durch fraktionierende Destillation gewonnen.



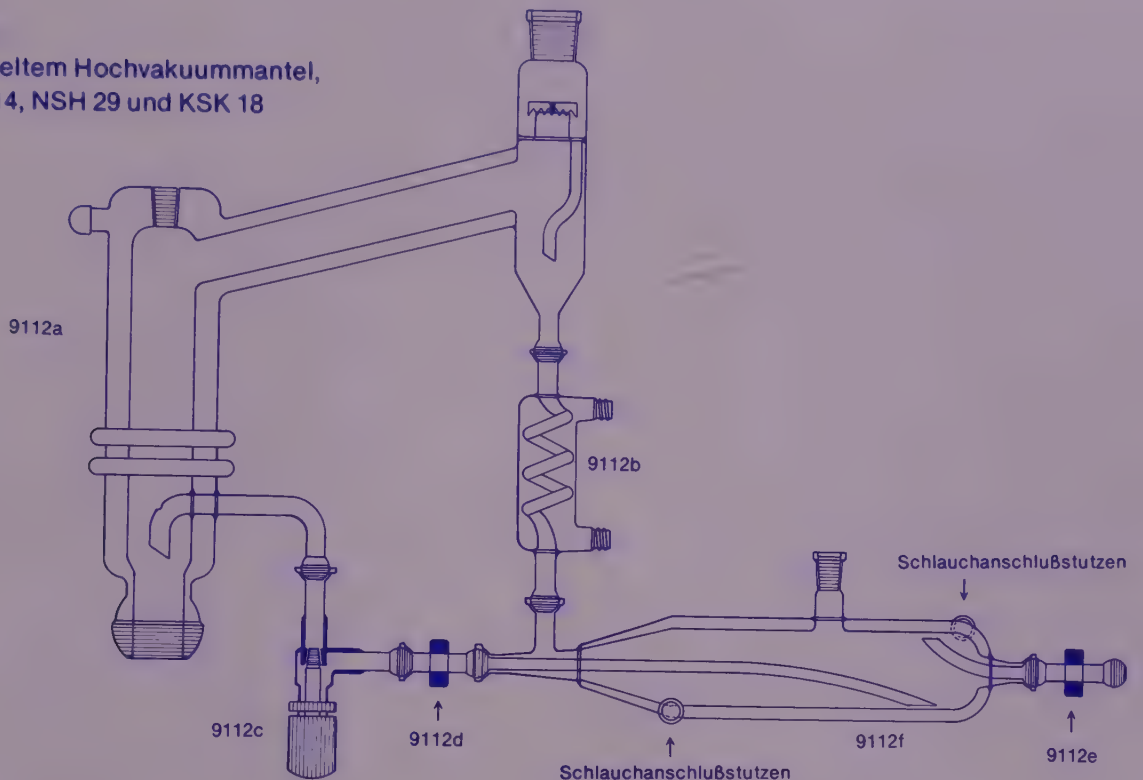
9105
Maßstab 1:6

- 9105 Azeotrop-Kolonnenkopf**
 — System Chemische Werke Hüls —
 mit silberspiegeltem Hochvakuummantel,
 Flüssigkeitsteiler, elektronisch geregelt,
 Kopfeingangsschliff KSK 55,
 Abnahmeschliff NSK 29, komplett mit
 Magnet, *) Magnetkabel, Diodenstecker und
 13 Gewindeschlauchanschlüssen
 (Hostafion ET)

*) s. S. 146, Normag-Nr. 9505

9112 Zweiphasen-Azeotrop-Aufsatz
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel
komplett, bestehend aus:

9112a Kolonnen-Aufsatz
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel,
mit KSK 55, NSH 14, NSH 29 und KSK 18



9112
Maßstab 1:6

9112b Kurz-Schlangenkühler
mit KSS 18 und KSK 18, komplett mit 2 Gewinde-
schlauchanschlüssen (Hostafion ET)

9112c Glasnadel-Eckventil
mit KSS 18 und KSK 18

9112d Einsatzrohr (lang)
mit KSS 18 und KSK 18

9112e Einsatzrohr (kurz)
mit 2 KSK 18

9112f Abscheidegefäß
mit 3 KSS 18 und NSH 14-Belüftungsstutzen,
komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen
(Hostafion ET)

Dem Kolonnen-Aufsatz und Kurz-Schlangenkühler ist eine liegende thermostatisierte Scheideflasche nachgeschaltet. Diese trägt zwei innenliegende Einsatzrohre, eine Rücklaufleitung und ein Entnahmerohr.

Je nach Rückführung, bzw. Entnahme der spezifisch schwereren, bzw. der spezifisch leichteren Phase sind diese Einsatzrohre durch Drehen in den Kugelschliff-Ansätzen umschaltbar.

9060 Kontroll-Thermometer NSK 14
0—250° C : 1/1°, EL 90 mm

7002 Kugelschliffklemme KS 18 (6 St.)





**Umlaufverdampfer
Zwangsumlauf-
verdampfer**

Im Labor wird die fraktionierte Destillation heute noch gerne absatzweise (batch distillation) durchgeführt. Als Folge werden immer größere Sumpfvolumina (bis zu 10 Ltr. und mehr) vorgelegt. Riesige Pilzheizhauben oder elektrisch beheizte Ölbäder auf elektrischen Hebebühnen dienen zur Sumpfbeheizung.

Drei Hauptnachteile werden dabei ersichtlich:

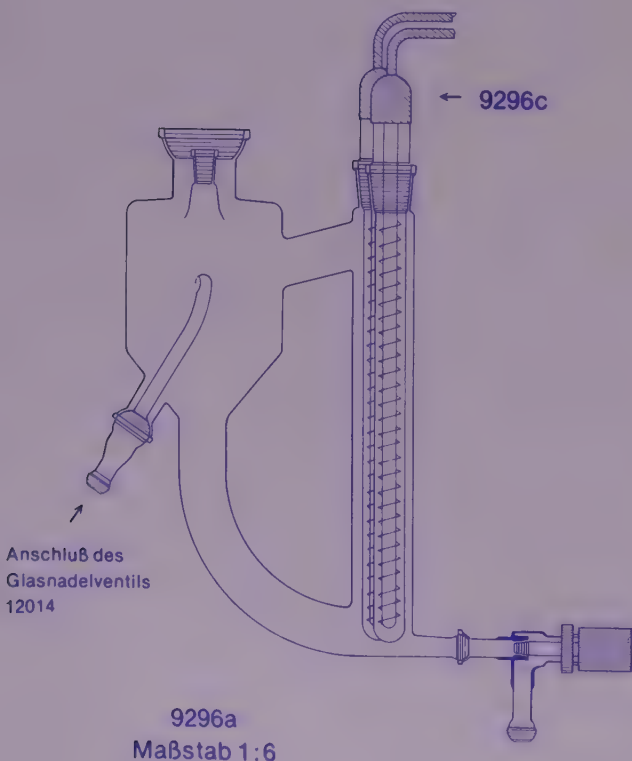
1. Sumpfvolumina und Heizleistungen stehen in keinem realen Verhältnis zueinander.
2. Gesteigerte Heizleistung birgt die Gefahr der örtlichen Überhitzung des vorgelegten Sumpfes. Dadurch bedingt können an einzelnen Flüssigkeitsbestandteilen Crack-Erscheinungen auftreten.
3. Aus großen Sumpfvolumina resultieren lange Durchlaufzeiten, die bei thermisch empfindlichen Substanzen Verharzungen und Vercrackungen hervorrufen können.

Bei kontinuierlicher fraktionierter Destillation können durch den Einsatz von Umlaufverdampfern die oben beschriebenen Nachteile weitgehend behoben werden:

1. Die Sumpf-Volumina sind auf ein Verdampfer-Bauart abhängiges Minimum reduziert.
2. Im Verhältnis zum Sumpf-Volumen ist eine wesentlich größere Heizleistung installiert.
3. Dadurch bedingt werden kürzere Durchlaufzeiten erzielt.
4. Durch Thermokonvektion bzw. durch der Thermokonvektion noch überlagerte zwangsläufige Flüssigkeitsführung (Zwangsumlaufverdampfer) bewirkter Sumpf-Umlauf verringert die jeweilige Verweilzeit der zu verdampfenden Flüssigkeit am Heizkörper wesentlich.
5. Sedimentationserscheinungen und Siedeverzüge werden vermieden.
6. Die Heizleistung kann der Thermolabilität der zu verdampfenden Substanzen angepaßt werden. Als Regel gilt, daß bei thermisch sehr labilen Verbindungen die Oberflächenbelastung der Heizkörper 2 Watt/cm² und weniger betragen soll.

Einfache UMLAUVERDAMPFER

Das vorliegende Gerät ist mit zwei Quarz-Stabtauchheizern ausgerüstet. Der Flüssigkeitsumlauf erfolgt durch Thermokonvektion. Im Zyklonteil des Gerätes trennt sich der aufsteigende Dampf von der ablaufenden Flüssigkeit, die den beiden Stabtauchheizern unten wieder zugeführt wird.



K9296 Umlaufverdampfer
mit KSS 35, 2 NSH 14, KSK 18, KSS 28 und 2 NSH 29, Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 800 ml, komplett mit 9296c (2 St.), 9296d und 7002/KS 28

K9296a Umlaufverdampfer
mit KSS 55, 2 NSH 14, KSK 18, KSS 28, 2 NSH 29, Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 800 ml, komplett mit 9296c (2 St.), 9296d und 7002/KS 28

Einzelteile und Zubehör:

9296 Umlaufverdampfer
mit KSS 35

9296a Umlaufverdampfer
mit KSS 55

9296c Quarz-Stabtauchheizer
NSK 29, Leistung 0,75 kVA, 220 Volt, Einbaulänge 32 cm, Oberflächenbelastung bei voller Heizleistung: 4,6 VA/cm²

12015 Glasnadel-Eckventil
mit KSS 18 und KSK 18

12014 Glasnadelventil mit KSS 18 und KSK 18

7002 Kugelschliffklemme KS 18; KS 28

9296d Schnabel mit KSK 28 und KSK 18

Umlaufverdampfer NORMAG

Ein Stabtauchheizer mit einer Leistung von 1000 Watt (Oberflächenbelastung bei voller Heizleistung 6,6 Watt/cm²) ist bei diesem Umlaufverdampfer waagrecht angeordnet und von einem an seinem inneren Ende verschmolzenen, oben und unten auf der ganzen Länge aufgeschliffenen Glasrohr umgeben. Dadurch ist der Vorteil eines durch Thermokonvektion erzwungenen Flüssigkeitsumlaufs gegeben.

Durch die waagrechte Anordnung des Verdampfergefäßes ist die Oberfläche der zu verdampfenden Flüssigkeit im Verhältnis zum Flüssigkeitsvolumen groß: eine hohe Verdampfungsgeschwindigkeit ist die Folge. Die gewählte Anordnung des Umlaufverdampfers erlaubt die Lösung verschiedener Destillationsprobleme, so kann das Gerät z. B. als Sumpfheizer bei einer kontinuierlichen Destillation oder als Vorverdampfer eingesetzt werden.

K9297 Umlaufverdampfer NORMAG

KSS 35, NSH 14, NSH 29,
2 KSK 18, KSS 18 und KSS 28,
Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 700 ml,
komplett mit
9297b, 9297e, 7002/KS 18 (2 St.), 7002/KS 35,
9297f, 7002/KS 28, 9297d

K9297a Umlaufverdampfer NORMAG

KSS 55, NSH 14, NSH 29, 2 KSK 18, KSS 18 und KSS 28,
Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 700 ml,
komplett mit
9297c, 9297e, 7002/KS 18 (2 St.), 7002/KS 55, 9297f,
7002/KS 28, 9297d

Einzelteile und Zubehör:

9297 Umlaufverdampfer NORMAG mit KSS 35

9297a Umlaufverdampfer NORMAG mit KSS 55

9297b Bogenstück

2 KS 35 (Kugel und Schale),
NSH 14 und KSK 18

9297c Bogenstück

2KS55 (Kugel und Schale),
NSH 14 und KSK 18

9297d Quarz-Stabtauchheizer

NSK 29, Leistung 1 kVA, 220 Volt,
Einbaulänge 26,5 cm, Oberflächenbelastung
bei voller Heizleistung: 6,6 VA/cm²

9297e Glasverbindungsstück

2 KSS 18 (nicht austauschbar)

9297f Überlaufstück

KSK 28 und KSK 18

12014 Glasnadelventil mit KSS 18 und KSK 18 (2 St.)

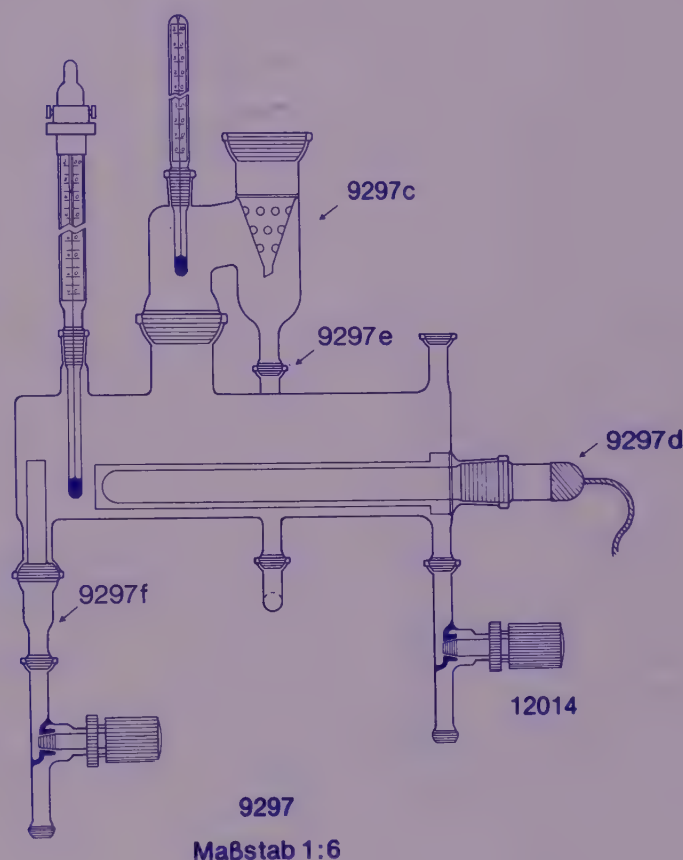
9060 Kontroll-Thermometer mit NSK 14

0—250° C : 1/1°, EL 70 mm

9195d Kontakt-Thermometer mit NSK 14

0—250° C, EL 120 mm

7002 Kugelschliffklemme KS 18; KS 28; KS 35; KS 55



Zwangsumlaufverdampfer

Bei den vorbeschriebenen Umlaufverdampfern erfolgt der Flüssigkeitsumlauf durch Thermokonvektion. Diese reicht vielfach zur Erzielung einer ausreichenden Umlaufgeschwindigkeit nicht aus. Als Folge hiervon können bei thermolabilen Verbindungen durch örtliche Überhitzungen Ver crackungen auftreten.

Bei den neu konstruierten Zwangsumlaufverdampfern wird — im prinzipiellen Anschluß an die NORMAG-Glaspumpe*) — ein zwangsläufiger Flüssigkeitsumlauf durch einen über eine stopfbuchslose Magnetkupplung angetriebenen voll in Hostaflon® eingebetteten Pumpenläufer erreicht.

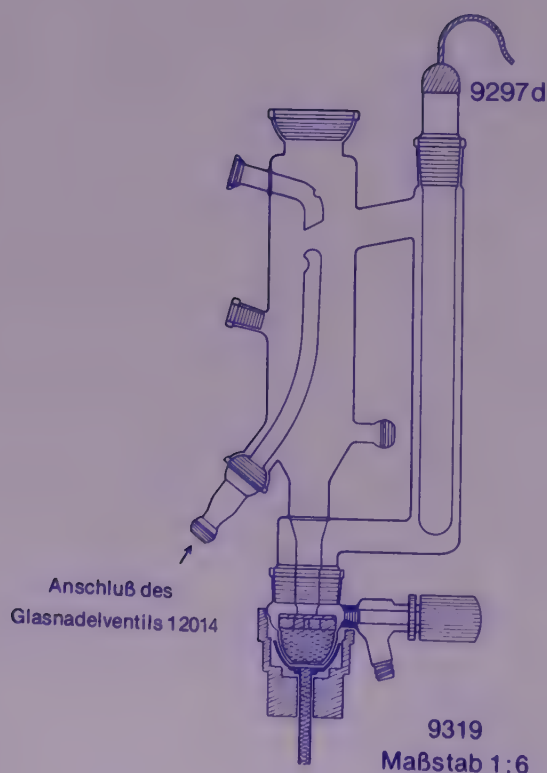
Dadurch wird die zu verdampfende Flüssigkeit mit erhöhter Umlaufgeschwindigkeit an der Heizquelle vorbeigerissen, wodurch ihre jeweilige Verweilzeit stark verringert wird.

Die Flüssigkeitsverdampfung erfolgt also wesentlich schonender unter Vermeidung von Überhitzungen und Crackerscheinungen.

- 9319 Zwangsumlaufverdampfer**
KSS 55, NSH 29, NSH 14, KSS 18, KSK 18 und NSK 45 (Kurzschliff)
Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 300 ml,
komplett mit
Glas-Unterteil (9315bV),
Hostaflon®-Pumpenläufer (9314),
Hostaflon®-Manschette NS 45 (9312),
geführtem Gegenmagnet (9313a),
Pertinax-Halterung (9311),
Quarzstabtauchheizer NSK 29 (9297d),
Schnabel (9319d) und Kugelschliffklemme KS 28 (7002),
(Leistung 1 kVA, 220 Volt)

Einzelteile und Zubehör:

- 9319a Zwangsumlaufverdampfer mit KSS 55**
- 9315bV Glas-Unterteil NSH 45** mit Glasnadelablaßventil, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon ET)
- 9314 Hostaflon-Pumpenläufer**
- 9313a Geführter Gegenmagnet**
- 9311 Pertinax-Halterung**
- 9312 Hostaflon-Manschette NS 45**
- 9297d Quarz-Stabtauchheizer**
NSK 29, Leistung 1 kVA, 220 Volt, Einbaulänge 26,5 cm Oberflächenbelastung bei voller Heizleistung: 6,6 VA/cm²
- 9319d Schnabel mit KSK 28 und KSK 18**
- 7002 Kugelschliffklemme KS 18; KS 28**
- 12014 Glasnadelventil mit KSS 18 und KSK 18**
- 7034 Verschlussschale KSS 18**



*) s. S. 134—137

Duran 50/Solidexglas

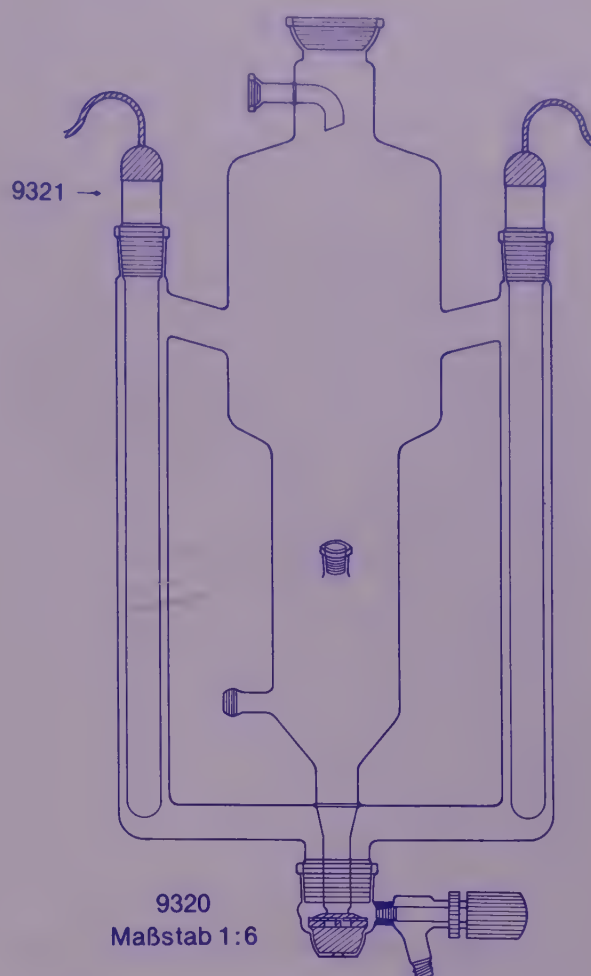
- 9320 Zwangsumlaufverdampfer**
 KSS 55, NSH 14, KSS 18, KSK 18, 3 NSH 29 und NSK 45 (Kurzschliff)
 Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 700 ml, komplett mit
 Glas-Unterteil (9315bV),
 Hostaflon®-Pumpenläufer (9314),
 Hostaflon®-Manschette NS 45 (9312),
 geführtem Gegenmagnet (9313a),
 Pertinax-Halterung (9311) und
 Quarz-Stabtauchheizer (9321) (3 St.)
 (Leistung à 0,75 kVA, 220 Volt)

Einzelteile und Zubehör:

- 9320a Zwangsumlaufverdampfer mit KSS 55**

- 9321 Quarz-Stabtauchheizer**
 NSK 29, Leistung 0,75 kVA, 220 Volt,
 Einbaulänge 38 cm, Oberflächenbelastung
 bei voller Heizleistung: 4 VA/cm²

Übrige Einzelteile s. S. 98



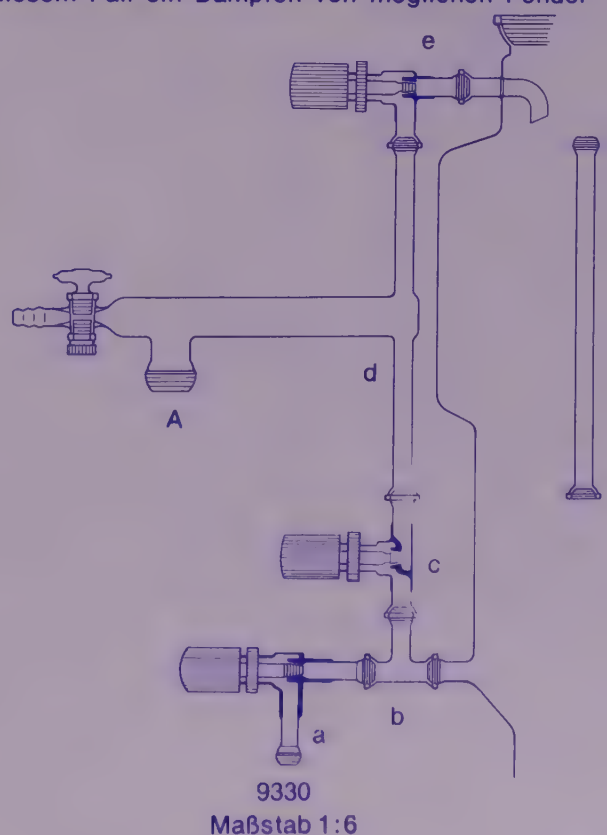
Vorrichtung zum Zwangsumlaufverdampfer

Die Abbildung veranschaulicht eine Hilfsvorrichtung zum Umlaufverdampfer, die bei kontinuierlicher Destillation zum Aufrechterhalten einer konstanten Sumpfspiegelhöhe dienen soll. Dadurch, daß bei verschiedenen Destillationen der Druckabfall in einer Kolonne verschieden groß sein wird, was naturgemäß verschiedene Sumpfspiegelhöhen nach sich zieht, können sich Funktionsschwierigkeiten für den Umlaufmechanismus des Zwangsumlaufverdampfers ergeben.

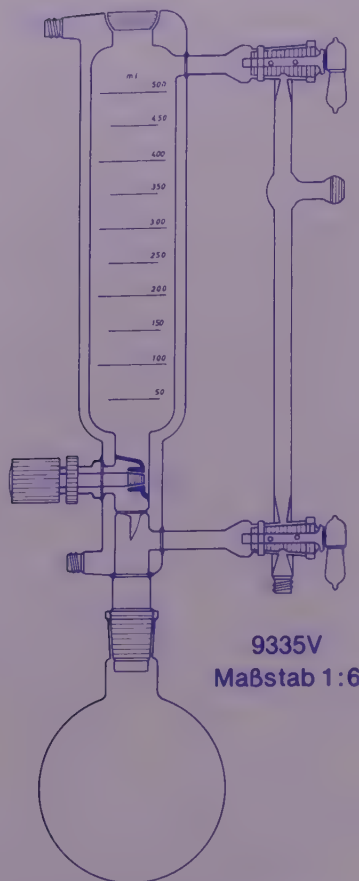
Am Abnahmeschliff KSK 35 (A) wird als Auffanggefäß einfach ein Kolben oder auch eine Anschütz-Thiele-Vorlage*) nachgeschaltet. Der Ersatz des mit Hahn versehenen T-Stückes (d) durch ein einfaches Rohr (f) ermöglicht die Anbringung einer Lichtschranke, über die ein Abpumpen des Sumpfproduktes durch den offenen Basis-Kugelschliff KS 18 (b-a) gesteuert werden kann. Das untere Glasnadelventil (c) erlaubt in diesem Fall ein Dämpfen von möglichen Pendelbewegungen des Sumpf-Flüssigkeitsspiegels.

- 9330 Vorrichtung zum Zwangsumlaufverdampfer**
 bestehend aus:

- 9330a Eckventil mit 2 KSK 18**
9330b T-Stück mit 2 KSS 18 und KSK 18
9330c Durchgangsventil mit KSS 18 und KSK 18
9330d T-Stück mit KSS 18, KSK 18, KSK 35 und Normhahn 3 NS
9330e Eckventil mit KSS 18 und KSK 18
9330f Lichtschranken-Rohr mit KSS 18 und KSK 18
7002 Kugelschliffklemmen KS 18 (6 St.)



*) s. S. 100



9335V
Maßstab 1:6

- 9335V Anschütz-Thiele-Vorlage**
mit KSS 35, NSK 29, KSK 18, 2 Pumpenhähnen
4 NS und Glasnadelventil,
komplett mit 3 Gewindeschlauchanschlüssen
(Hostaflon ET)
Volumen 100 250 500 ml

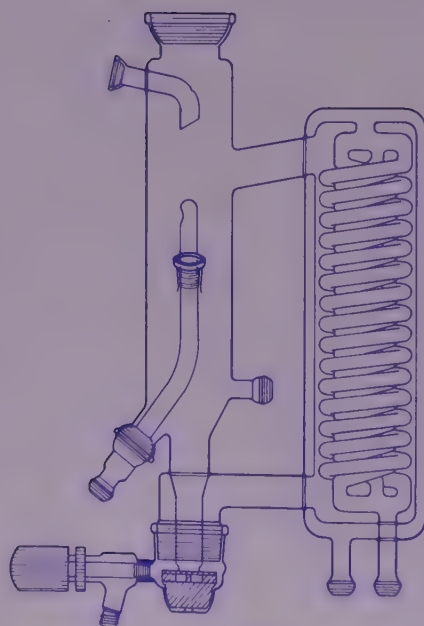
- 4010 Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive**

- 7002 Kugelschliffklemme KS 18**

- 1024 Vorlagekolben NSH 29**
Volumen 100 250 500 1000 ml

Zwangsumlaufverdampfer mit dreifacher Heizspirale

Zur besonders schonenden Verdampfung kann dieser Umlaufverdampfer eingesetzt werden. Die Beheizung erfolgt über einen Umlauf-Thermostaten. Siedeverzüge treten — auch beim Arbeiten im Vakuum — nicht auf. Dieser Verdampfer kann auch eingesetzt werden, wenn Explosionsschutz gefordert ist.



9317
Maßstab 1:6

- 9317 Zwangsumlaufverdampfer
mit dreifacher Heizspirale**
KSS 55, NSH 14, 3 KSK 18,
KSS 18, KSS 28 und NSK 45 (Kurzschliff),
Flüssigkeitsvolumen im Ruhestand: 800 ml
Gesamt-Oberfläche der Heizzone: 2000 cm²,
komplett mit
Glas-Unterteil (9315bV),
Hostaflon®-Pumpenläufer (9314),
Hostaflon®-Manschette NS 45 (9312),
geführtem Gegenmagneten (9313a) und
Pertinax-Halterung (9311)

Einzelteile und Zubehör:

- 9317a Zwangsumlaufverdampfer**
mit dreifacher Heizspirale, mit KSS 55
- 6999a V4A-Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive (2 St.)**
- 7002 Kugelschliffklemme KS 18 (3 St.)**
- 7034 Verschlußschale KSS 18**
- 9317d Schnabel mit KSK 28 und KSK 18**
- 7002 Kugelschliffklemme KS 28**

Übrige Einzelteile s. S. 98

Sumpfdruckregler

„Sumpfdruckregler“ steuern die Verdampfungsgeschwindigkeit bei Kolonnendestillationen, wobei der durch den Widerstand der Füllkörper bedingte Differenzdruck zwischen Blase und Kolonnenkopf als Maß der aufsteigenden Dampfmenge zur Regelung der Blasenheizung ausgenutzt wird.

Der „NORMAG“-Sumpfdruckregler ist für atmosphärische und Vakuum-Destillationen konstruiert, arbeitet mit normalem Leitungswasser als Manometerflüssigkeit und ist demzufolge auch bei geringsten Druckdifferenzen einzusetzen. Zur Regelung der Blasenheizung ist allerdings ein hochohmiges Relais erforderlich (z.B. unser NORMATRON 68). Der Regelbereich ist ausgelegt für Sumpfdrucke zwischen 2 und 100 mm Wassersäule.

Der „NORMAG“-Sumpfdruckregler ist ein Schenkelmanometer, das so ausgebildet ist, daß der eine dünnere Schenkel senkrecht aus einem Gefäß mit wesentlich weiterem Durchmesser (weitgehend konstanter Nullpunkt in einem Schenkel) zentrisch aufsteigt. Der in 1 mm graduierte Meßschenkel trägt eine Metallspindel, an der beide Kontakte so angebracht sind, daß über dem gesamten Regelbereich der Elektrodenabstand stets 4 mm beträgt.

Das Gefäß (weiter Schenkel) ist gleichzeitig als Blasenzähler für den Inertgasstrom ausgebildet, der einer zuvor mit Stickstoff oder einem anderen Inertgas gefüllten Fußballblase entnommen wird (keine Druckpumpe, keine Reduzierventile). Eine zusätzlich eingebaute Diffusionskapillare zwischen der Dampfphase der Destillierblase und der Manometerflüssigkeit ermöglicht die Reduzierung des Inertgasstromes auf eine Geschwindigkeit von einer Gasblase in 20—30 Sekunden, so daß eine Fußballblasenfüllung mit Sicherheit für eine 40-Stunden-Destillation ausreicht.

Die elektrische Verbindung zum Schaltrelais erfolgt mit Hilfe einer leicht zu handhabenden „Tuchel-Kleinkupplung“, deren Fassung im Kopf der Meßspindel eingekittet ist.

Bedienungsanweisung liegt dem Gerät bei.

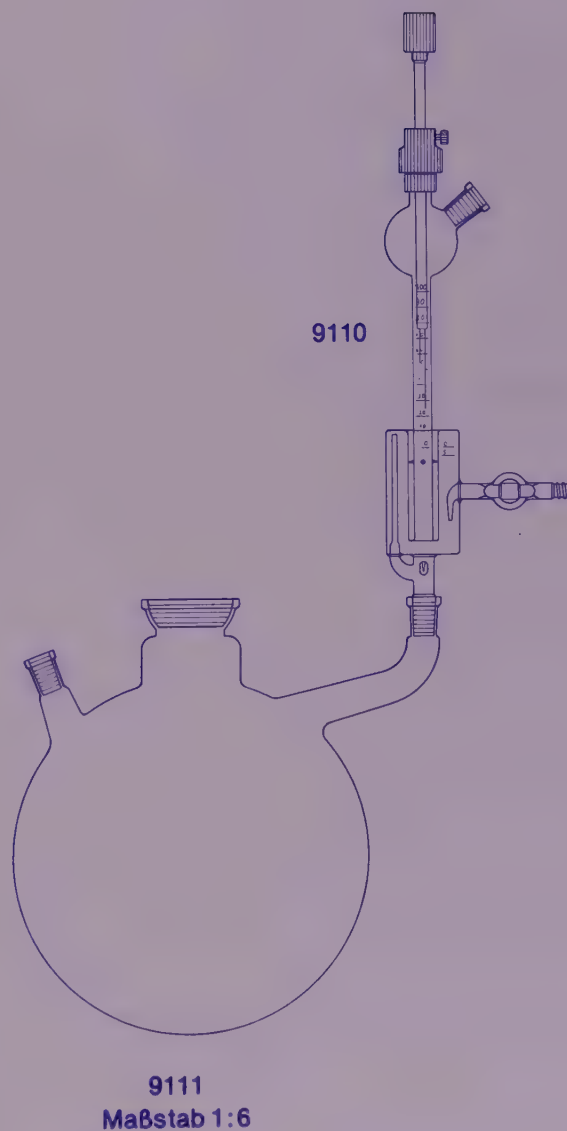
9110 Sumpfdruckregler für Destillationen unter Normaldruck und Vakuum mit NSK 14, NSH 14 und Norm-Hahn 3 NS, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon ET) und Normschliffstopfen NSK 14

Unser Sumpfdruckregler ist auf einen senkrechten Schliffstutzen ohne weitere Halterung aufzusetzen. Wir empfehlen dafür unsere **Spezialkolben** zur leichteren Handhabung des Sumpfdruckreglers.

Spezialkolben
mit KSS 35 und 2 NSH 14.

	Volumen [ml]
9111	500
9111a	1000
9111b	2000

Über Spezialkolben mit anderen Schliffgrößen und Volumina unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.



Kühlelement zur Differenzdruckmessung nach Schmitz

Zur Überwachung und Steuerung einer Laboranlage für kontinuierliche fraktionierte Destillation ist unter anderem die Messung des Differenzdrucks zwischen Kolonnenkopf und Sumpf unerlässlich.

Das Kühlelement als Vorschaltgerät zur Differenzdruckmessung wurde ursprünglich für äußerst leicht siedende Kohlenwasserstoffe konzipiert.

Es hat sich in der Forschung der Erdölindustrie hervorragend bewährt und ist erfahrungsgemäß generell einsetzbar.

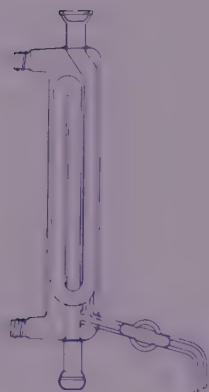
Das Kühlelement (Kapillar- und Umlaufsystem liegen innerhalb des Kühlmantels) wird vorzugsweise über einen Kugelschliff KS 18 direkt mit der Siedeblase (Umlaufverdampfer bzw. Kolben) verbunden.

Auch leichtsiedende Produkte werden sofort kondensiert. Das Kondensat läuft ohne Verlust in die Blase zurück.

Es wird also 1. jedweder Produktverlust vermieden, da sich im Umlaufsystem des Kühlelementes kein Produkt ansammeln kann, und 2. wird eine durch den Partialdruck des Produktes verfälschte Differenzdruckmessung verhindert.

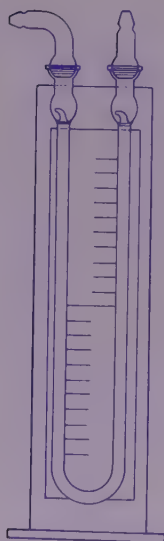
Weitere Vorteile sind:

- Bruchsicherheit
- Raumersparnis
- Kostenersparnis



9115
Maßstab 1:6

9115 Kühlelement zur Differenzdruckmessung nach Schmitz
mit KSK 18, KSS 18 und Norm-Hahn 3 NS, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET)



9116
Maßstab 1:6

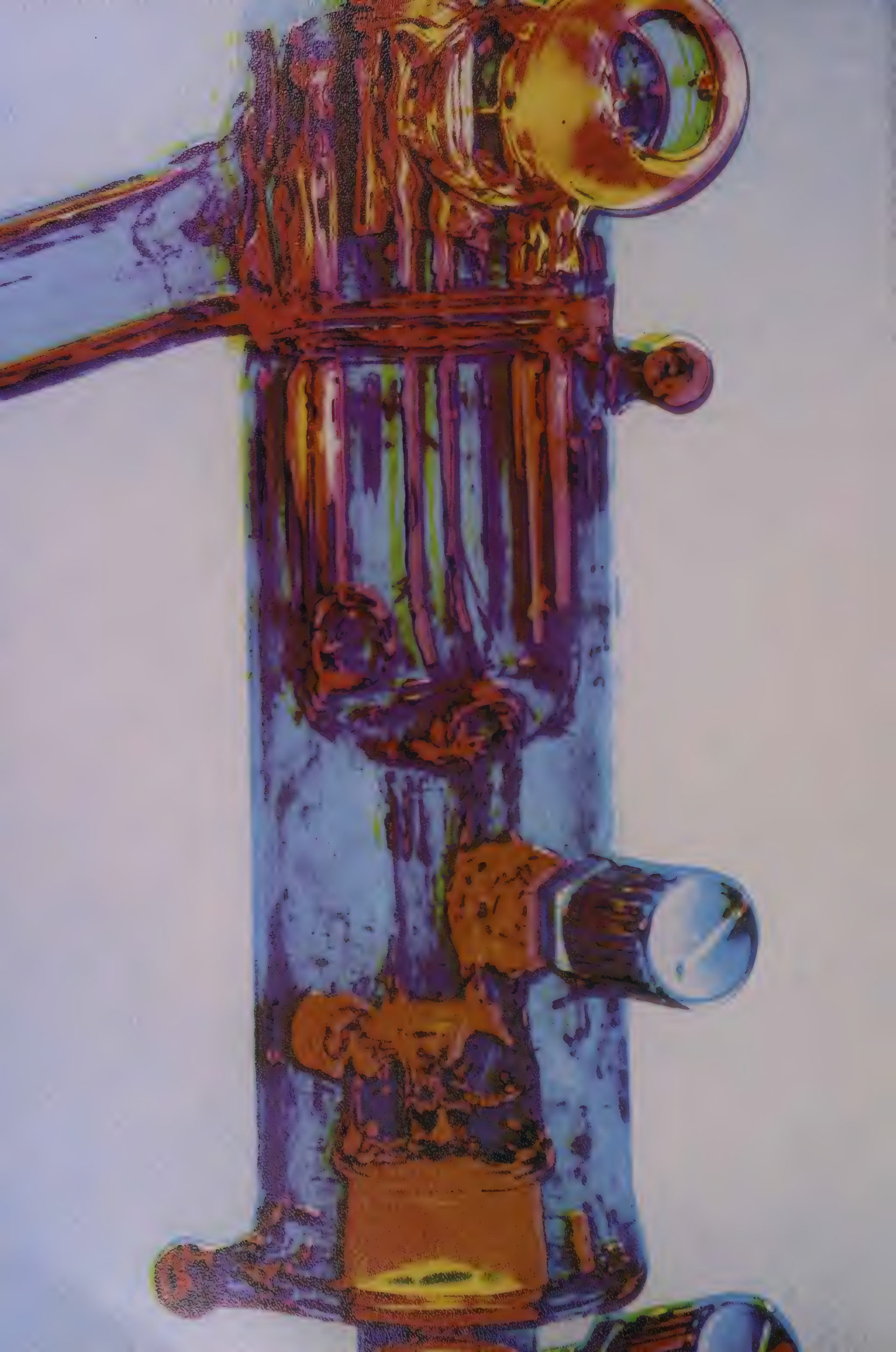
9116 Differenzdruck-Manometer mit 2 KSS 18

Zubehör:

4011 Kugelschliffkugel KSK 18 mit Olive; gerade

4011a Kugelschliffkugel KSK 18 mit Olive, gebogen

7002 Kugelschliffklemme KS 18 (2 St.)





Fallfilm-Verdampfer

Fallfilm-Verdampfer

In einer Vielzahl von Fällen, sei es zur Aufkonzentrierung von Produkten, zur Rückgewinnung von Lösungsmitteln oder zur Abtrennung eines leichtersiedenden Stoffes aus einem Zwei- oder Mehrstoffgemisch, werden heute in steigendem Maße Fallfilmverdampfer eingesetzt.

Der **Fallfilm-Verdampfer**, auch Fallstrom-Verdampfer genannt, ist ein stehendes von außen beheiztes Verdampferrohr. Das Produkt bildet an der Innenwand des Verdampferrohres einen dünnen, nach unten fließenden Rieselfilm. Die Brüden strömen in dem von Produkt freibleibenden Rohrrinnenraum wie die Flüssigkeit von oben nach unten. Dampf und Flüssigkeit gelangen im Gleichstrom am Ende des Verdampferrohres in den Sumpf. Die Innenwand des Verdampferrohres muß mit einem zusammenhängenden Flüssigkeitsfilm bedeckt sein. Würde der Film an einzelnen Stellen aufreißen, so käme nachströmendes Produkt mit überhitzten Oberflächen in Berührung und eine schonende Verarbeitung hitzeempfindlicher Stoffe wäre nicht gewährleistet. Aus diesem Grunde wird der Sumpfinhalt mit einer über Magnetkupplung getriebenen Pumpe als Umlauf erneut auf das Verdampferrohr aufgegeben.

Aus Konstruktion und Arbeitsweise des Fallfilm-Verdampfers ergeben sich entscheidende Vorteile gegenüber Verdampfern herkömmlicher Art. So ist zum Beispiel die Verweilzeit des Produktes in der beheizten Zone wesentlich kürzer. Siedepunkterhöhungen infolge statischen Flüssigkeitsdruckes treten nicht auf. Sowohl die Endkonzentration, als auch die höchste Temperatur des Produktes werden erst beim Austritt aus dem Verdampferrohr erreicht. Der Druckverlust ist gering, so daß der Fallfilmverdampfer auch im Vakuumbereich von etwa 5—10 Torr eingesetzt werden kann. Die Siedetemperaturen können dementsprechend niedrig gehalten werden. Ein sehr guter Wärmeübergang ermöglicht eine große Verdampferleistung bei kleiner Temperaturdifferenz zwischen Heizmittel und Produkt. Somit eignet sich der Fallfilmverdampfer auch sehr gut zur schonenden Aufkonzentrierung temperaturempfindlicher Stoffe.

Folgende Werte*) sollen die Wirksamkeit des Fallfilm-Verdampfers mit Siedethermostat-Beheizung zeigen. Bei einer Temperaturdifferenz von 15° C wurden bei einer Zulaufmenge von 2.380 (2.330, 2.400) ml Methanol pro Stunde als Kondensat 2.265 (2.345, 2.280) ml Methanol pro Stunde erhalten. Aus den so gewonnenen Werten und den substanz- bzw. systemgegebenen Konstanten errechnen sich die K-Werte zu 632 (654, 636) kcal/h grad m².

Der K-Wert kennzeichnet die auf die Verdampferfläche F des Fallfilm-Verdampfers und die Temperaturdifferenz zwischen der Temperatur auf der Heizseite und der Verdampfungstemperatur auf der Produktseite bezogene in einer Stunde übertragene Wärmemenge Q. Bei einer Verringerung der Temperaturdifferenz auf $\Delta t = 10^\circ \text{C}$ wurden bei einem Zulauf von 1.200 (1.185) ml Methanol pro Stunde bei voll geöffnetem Ventil 1.200 (1.185) ml Methanol pro Stunde kondensiert. Die sich daraus ergebenden K-Werte betragen 502 (496) kcal/h grad m². Bei etwa halber Öffnung des Ventils wurden bei einem Zulauf von 1.390 (1.169) ml Methanol pro Stunde als Kondensat 1.060 (1.120) ml Methanol pro Stunde erhalten. Die K-Werte betragen 444 (469) kcal/h grad m².

Bei starker Reduzierung des Umlaufes wurden bei einem Zulauf von 1.240 ml Methanol pro Stunde nur 985 ml Methanol pro Stunde kondensiert. Der ermittelte K-Wert beträgt 412 kcal/h grad m².

Die genannten Werte zeigen, daß bei einer Reduzierung des Flüssigkeitsumlaufes die Heizfläche des Fallfilm-Verdampfers offensichtlich nicht mehr voll ausgenutzt wird.

In einer weiteren Versuchsreihe wurden als Beispiel für eine Vakuum-Verdampfung die K-Werte für Methyl-Naphtalin bestimmt. Dabei wurde auf der Produktseite als Testsubstanz 1-Methylnaphtalin bei 20 Torr und 122° C verdampft. Bei einer Temperaturdifferenz von $\Delta t = 10^\circ \text{C}$ ergaben sich bei einem Zulauf von 1.500 (1.500, 1.500) ml Methylnaphtalin pro Stunde 1.350 (1.290, 1.275) ml Kondensat pro Stunde. Die entsprechenden K-Werte betragen 244 (233, 231) kcal/h grad m².

*) die in Testversuchen ermittelt wurden

Duran 50 / Solidexglas

Beim **Betrieb** eines Fallfilm-Verdampfers sollte folgendes beachtet werden:

Damit das Verdampferrohr gleichmäßig mit Produkt beaufschlagt wird, muß der Fallfilm-Verdampfer gut in der Senkrechten aufgerichtet werden.

Die Flüssigkeitsbelastung soll bei ca. 30—50 l/h liegen, damit der Flüssigkeitsfilm im Verdampferrohr nie unterbrochen werden kann.

Störungen treten im allgemeinen nur in der Umwälzpumpe auf in der Form, daß diese nicht mehr fördert, weil entweder die Magnetkraft nicht ausreicht, den Pumpenläufer zu drehen, oder der Förderstrom abreißt, weil sich in der Kreispumpe durch zu hohe Drehzahlen Dampfblasen bilden.

Bei Verdampfern mit separat beheiztem Sumpfteil darf die Heizmitteltemperatur auf keinen Fall höher sein als die Siedetemperatur des Produktes im Sumpf.

9318U Fallfilm-Verdampfer

komplett

Zur Beheizung dieses Verdampfers dient ein Umlaufthermostat (U).

Einzelteile:

9318Ua **Verdampferteil** mit 6 KSK 18, NSH 45 (Kurzschliff), NSH 14, KSK 55 und Glasnadelventil

9315bV **Glasunterteil** NSK 45 mit Glasnadelablaßventil

9314 **Pumpenläufer**, in Hostaflon® eingebettet

9313a **geführter Gegenmagnet**

9311 **Pertinax-Halterung**

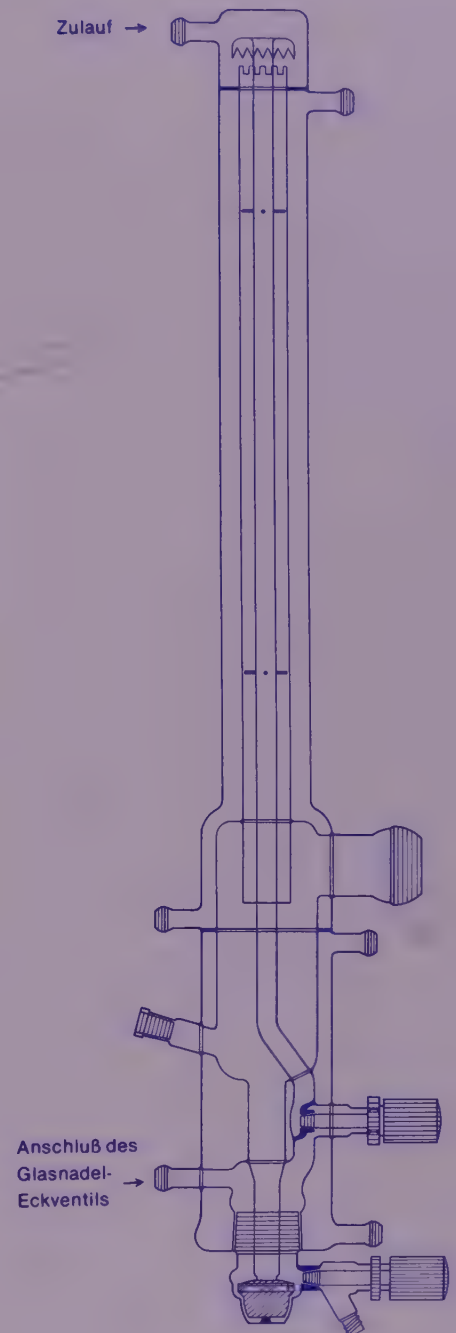
9312 **Hostaflon®-Manschette** NS 45

12015 **Glasnadel-Eckventil** mit KSS 18 und KSK 18

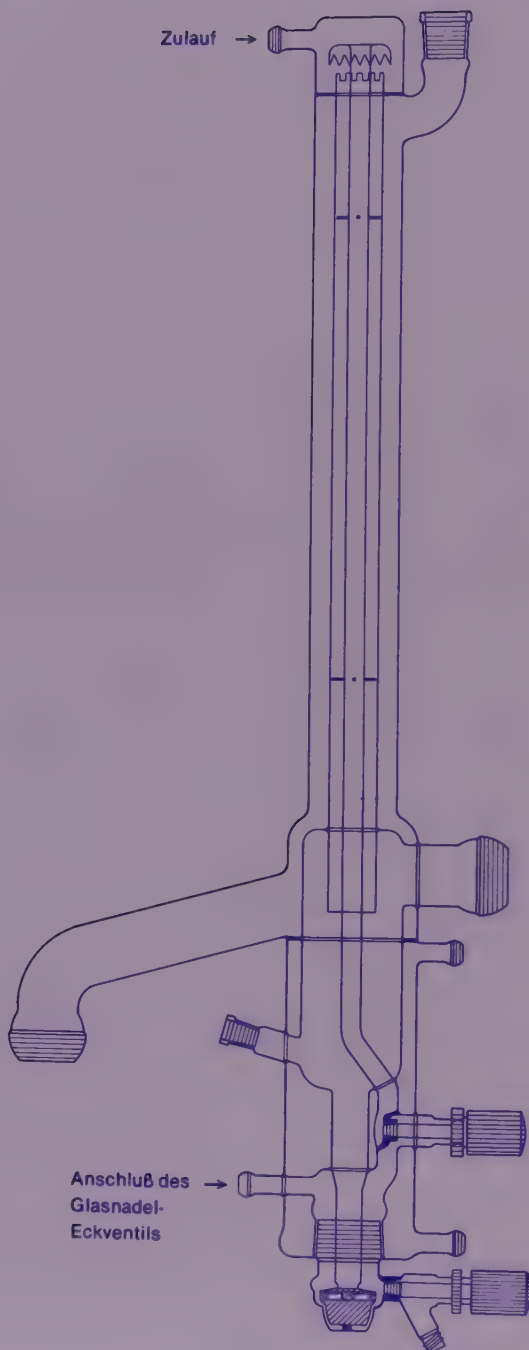
6999a **V4A-Kugelschliffschale** KSS 18 mit Olive (4 St.)

7002 **Kugelschliffklemme** KS 18 (6 St.)

9060 **Griff-Thermometer** NSK 14, 0—250° C : 1/1° EL 70 mm



9318U
Maßstab 1:6



9318S
Maßstab 1:6

**9318S Fallfilm-Verdampfer
komplett**

Die Beheizung dieses Verdampfers wird durch siedendes Lösungsmittel bewirkt (Siedethermostat = S)

An der seitlichen Kugelschliffkugel KSK 55 wird ein mit dem der Temperatur entsprechenden Lösungsmittel beschickter Kolben angeschlossen. Der obere Normschliff NSH 29 dient zur Aufnahme des Kühlers. Durch Vorgabe des Druckes kann so sehr elegant jede beliebige Siedetemperatur einreguliert werden.

Einzelteile:

9318Sa **Verdampferteil** mit 4 KSK 18, NSH 45 (Kurzschliff), NSH 14, KSK 55 und Glasnadelventil

9315bV **Glasunterteil** NSH 45 mit Glasnadelablaßventil

9314 **Pumpenläufer**, in Hostaflon® eingebettet

9313a **geführter Gegenmagnet**

9311 **Pertinax-Halterung**

9312 **Hostaflon®-Manschette** NS 45

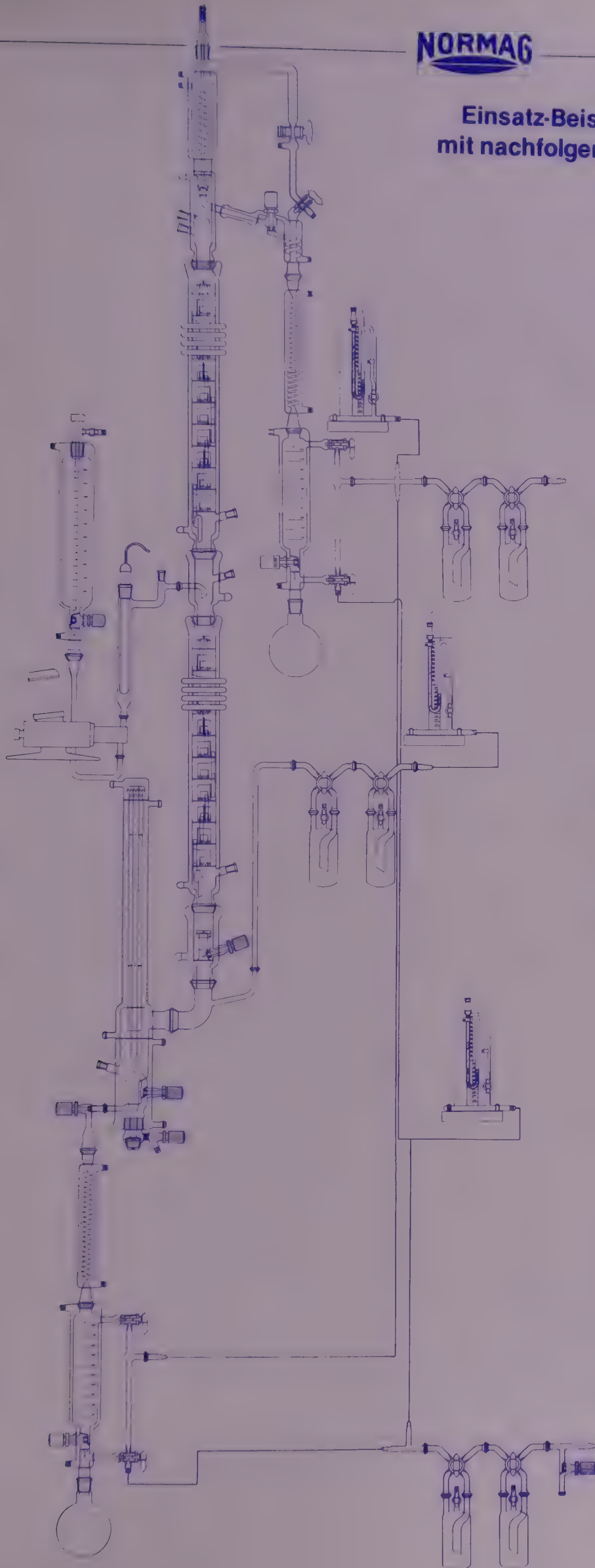
12015 **Glasnadel-Eckventil** mit KSS 18 und KSK 18

6999a **V4A-Kugelschliffschale** KSS 18 mit Olive (2 St.)

7002 **Kugelschliffklemme** KS 18 (4 St.)

9060 **Griff-Thermometer** NSK 14, 0—250° C : 1/1° EL 70 mm

Einsatz-Beispiel eines Fallfilmverdampfers mit nachfolgender Kolonnenbeaufschlagung

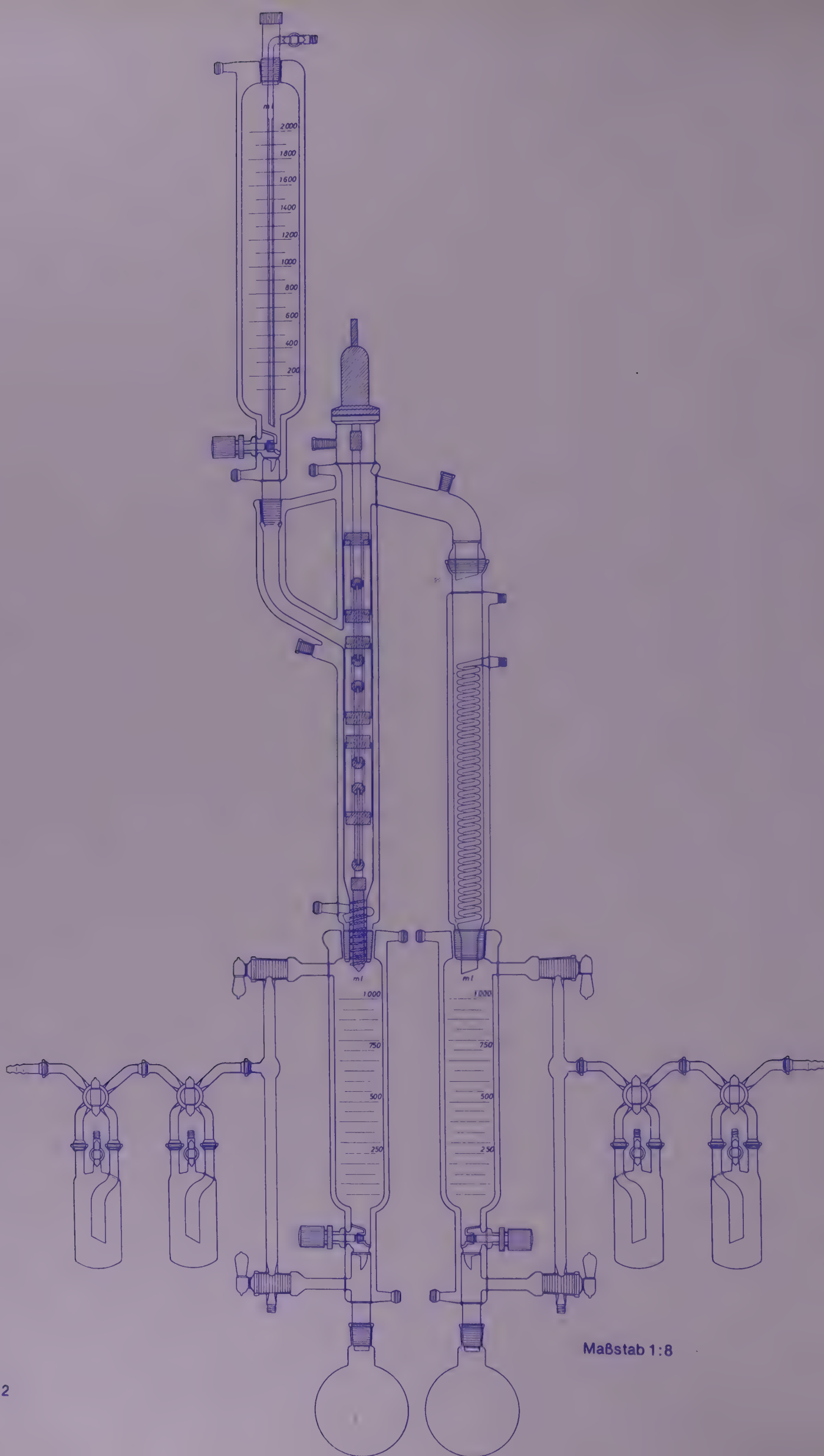






Dünnschichtverdampfer

nach Nölkensmeier



Maßstab 1:8

Dünnschichtverdampfer nach Nölkensmeier

Das Problem des schonenden Verdampfens von Lösungsmitteln, bzw. des schonenden Eindampfens thermolyseempfindlicher Substanzen wurde im Laufe der vergangenen Jahre auf verschiedensten Wegen zu lösen versucht.

Nachstehend bieten wir eine Apparatur an, die sich über viele Jahre hinweg — besonders in der Riechstoff-Industrie — hervorragend bewährt hat.

Der Aufbau — aus der nebenstehenden Abbildung ersichtlich — soll kurz beschrieben werden:

Die Seele dieses Dünnschichtverdampfers wird von einer Glaswelle gebildet, die über einen hochvakuumdichten Antriebskopf — **System Canzler** — angetrieben wird.

Auf der Glaswelle sitzen in gleichmäßigen sich überlappenden Abständen Querbalken aus glasfaserverstärktem Hostaflon. Diese Querbalken sind mit nach oben, bzw. unten weisenden Schlitten versehen, die der Aufnahme von Glaswischerblättern dienen. Hochkant und lose geführt können diese unter dem Einfluß der Zentrifugalkraft an der kalibrierten Zylinderwand des Verdampfers schleifen.

Durch Rundschleifen der Wischerblattkanten im Radius des Zylinders wird ohne komplizierten Mechanismus eine gleichmäßige und dichte Anlage der Wischerblätter an der beheizten Innenwand des Verdampfers zur gleichmäßigen Verteilung der Flüssigkeit und zur Vermeidung von Ankrustungen erzielt.

Die erwähnte Überlappung der Wischerblätter vermeidet ungewischte Zonen innerhalb der Verdampferzone. Die Glaswelle — an ihrem oberen Teil mit einem Glasgewinde versehen, über das sie fest mit der Welle des Antriebskopfes verschraubt ist — trägt zur zentrischen Führung an ihrem unteren Ende eine senkrecht angeordnete Transportschnecke aus glasfaserverstärktem Hostaflon. Diese Transportschnecke dient gleichzeitig zur Aufnahme und zum schnellen Abtransport des aus der Wischzone nach unten ablaufenden Sumpfproduktes. Durch diese zusätzliche Maßnahme soll eine Überhitzung der Substanzen — längerer Verweilzeiten zufolge — vermieden werden. Die Beheizbarkeit der Apparatur bis in die Anschütz-Thiele-Vorlage hinein muß jedoch gewährleistet sein, um auch bei Produkten, die bei Normaltemperatur höher viskos sind, leichten Ablauf zu erzielen.

Die Beheizung des Dünnschichtverdampfers erfolgt mit Hilfe eines Umlauf-Thermostaten. Um wirklich schonend einzudampfen, ist naturgemäß auf ein möglichst kleines Δt zu achten! Die Temperaturmessung des Heizmediums erfolgt über den seitlichen Hülsenschliff NS 14 im Heizmantel des Verdampfers.

Beschickt wird der Verdampfer über einen Dosiertrichter mit Glasnadelventil und Mariotte'schem Druckausgleich zur exakten Dosierung. Der Dosiertrichter trägt einen Temperiermantel, um die Möglichkeit zu geben, mittels eines Umlaufthermostaten das zu verdampfende Gut auf nahe Siedetemperatur vorzuheizen.

Der Dosiertrichter kann ohne weitere Befestigung einfach auf den stabilen seitlichen, in den Heizmantel mit einbezogenen Ansatz aufgesetzt werden.

Sollte in bestimmten Fällen eine Vorentgasung der einzudampfenden Lösung notwendig werden, läßt sich zwischen Dosiertrichter und Dünnschichtverdampfer ein wirksamer Vorentgaser schalten, der naturgemäß eine eigene Vakuumquelle benötigt.

Die Entgasung sollte auf keinen Fall im eigentlichen Verdampferteil erfolgen, weil erstens das einmal eingestellte Vakuum konstant bleiben und zweitens Spritzen im Verdampferrohr — einer guten Trennung zuliebe — vermieden werden muß.

Als Vorlagen für Destillat und Produkt dienen beheizbare/kühlbare Anschütz-Thiele-Vorlagen, über die — gekoppelt — der Verdampfer auch an die gemeinsame Vakuumquelle angeschlossen wird.

Für ein gutes Kühlfallen-System zwischen Dünnschichtverdampfer und Vakuumpumpe muß Sorge getragen werden.

Die Temperaturmessung im Verdampferraum erfolgt über den Hülsenschliff NS 14 am Brüdenrohr, wahlweise direkt oder über eine Temperaturmeßtasche.

Der am oberen Ende des Dünnschichtverdampfers angebrachte Hülsen-Langschliff NS 14 wird gewöhnlicherweise mit einem Schliff-Stopfen verschlossen, kann aber beim Arbeiten unter höherem Vakuum zur Druckkontrolle über ein Hahnverbindungsstück ein Kipp-Vakuummeter, z. B. Bauart Brunner, aufnehmen.

- 9300 **Dünnschichtverdampfer** nach Nölkensmeier*)
komplett mit Glaswelle, 12 Glaswischerblättern,
Antriebskopf und Pertinax-Verschraubung NW 50,
mit seitlichem Ausgangsschliff KSK 55 und KSK 18

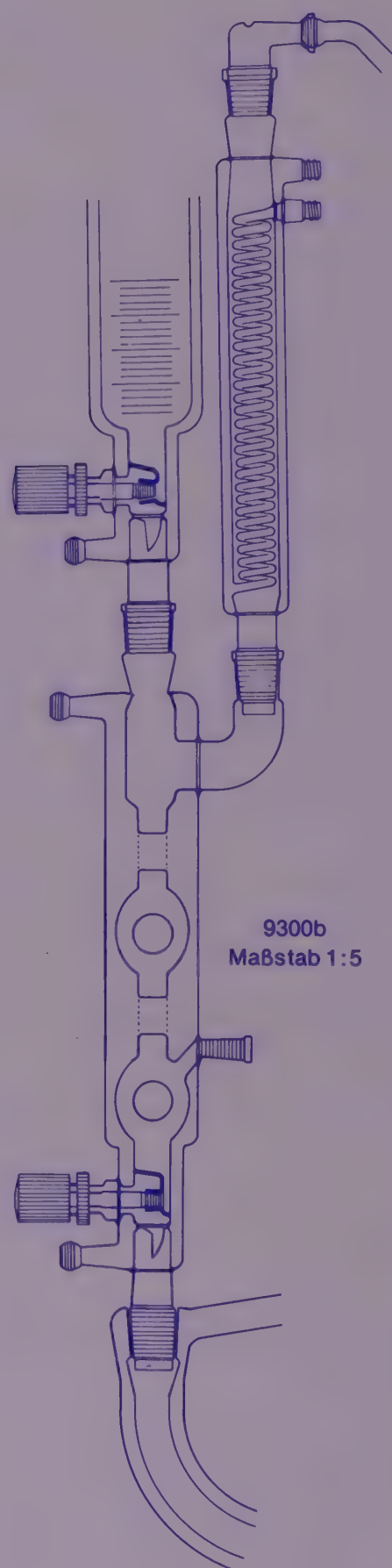
Zubehör:

- 9300a **Intensivkühler**, absteigend,
mit KSS 55 und NSK 45, komplett mit 2 Gewinde-
schlauchanschlüssen (Hostaflon ET)
- 9206Vr **Anschütz-Thiele-Vorlage** (2 St.)
mit NSH 45, NSK 29 und 2 KSK 18
mit Temperiermantel,
mit austauschbarem Glasnadelventil zur fettfreien
Destillat-Abnahme,
Volumen 1000 ml, komplett mit 1 Gewinde-
schlauchanschluß (Hostaflon ET)
- 9206VI **Anschütz-Thiele-Vorlage**
mit NSH 45, NSK 29 und 2 KSK 18,
mit Temperiermantel,
mit austauschbarem Glasnadelventil
zur fettfreien Sumpf-Abnahme,
Volumen 1000 ml, komplett mit
1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon ET)
- 8055a **Dosiertrichter** mit Temperiermantel mit NSK 29, NSH 29
und 2 KSK 18, mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr mit
Norm-Hahn 3 NS, graduert, Volumen 2000 ml
- 1024 **Vorlagekolben** mit NSH 29 (2 St.)
Volumen 2000 ml
- 9060 **Kontroll-Thermometer** mit NSK 14 (2 St.)
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 60 mm
- 9213 **Kühlfallen-System für kontinuierliche Destillation** (2 St.) **)
mit 2 Kühlfallen, 7 Kugelschliffklemmen KS 18
und einer Makroolive mit KSK 18,
auf Platte montiert
- 6999a **V4A-Kugelschliffschale** KSK 18 mit Olive (8 St.)
- 7002 **Kugelschliffklemme** KS 18 (8 St.)
- 1013 **Normschliff-Stopfen** NSK 14 (Langschliff)

Weiteres Zubehör:

- 9300b **Vorentgaser** mit 2 NSH 29, NSK 29
NSH 14 (Langschliff), 2 KSK 18 und austauschbarem
Glasnadelventil
- 6999a **V4A-Kugelschliffschale** KSS 18 mit Olive (2 St.)
- 7002 **Kugelschliffklemme** KS 18 (2 St.)
- 1013 **Normschliff-Stopfen** NSK 14 (Langschliff)
- 1073 **Intensivkühler** mit NSK 29 und NSH 29,
Mantellänge 25 cm, komplett mit 2 Gewinde-
schlauchanschlüssen (Hostaflon ET)
- 9300c **Bogenstück** mit NSK 29 und KSS 18
- 9213 **Kühlfallen-System für kontinuierliche Destillation**)**,
komplett mit 2 Kühlfallen, 7 Kugelschliffklemmen
und 1 Makroolive mit KSK 18, auf Platte montiert
- 9300d **Kippmanometer** nach Brunner
ohne Quecksilberfüllung
- 9300e **Hahnverbindungsstück** mit NSK 14, NSH 14 (Langschliff)
und Norm-Hahn 6 NS

*) s. Abb. S. 112; Mikro-Dünnschichtverdampfer auf Anfrage
**) s.S. 163



9300b
Maßstab 1:5

Duran 50/Solidexglas

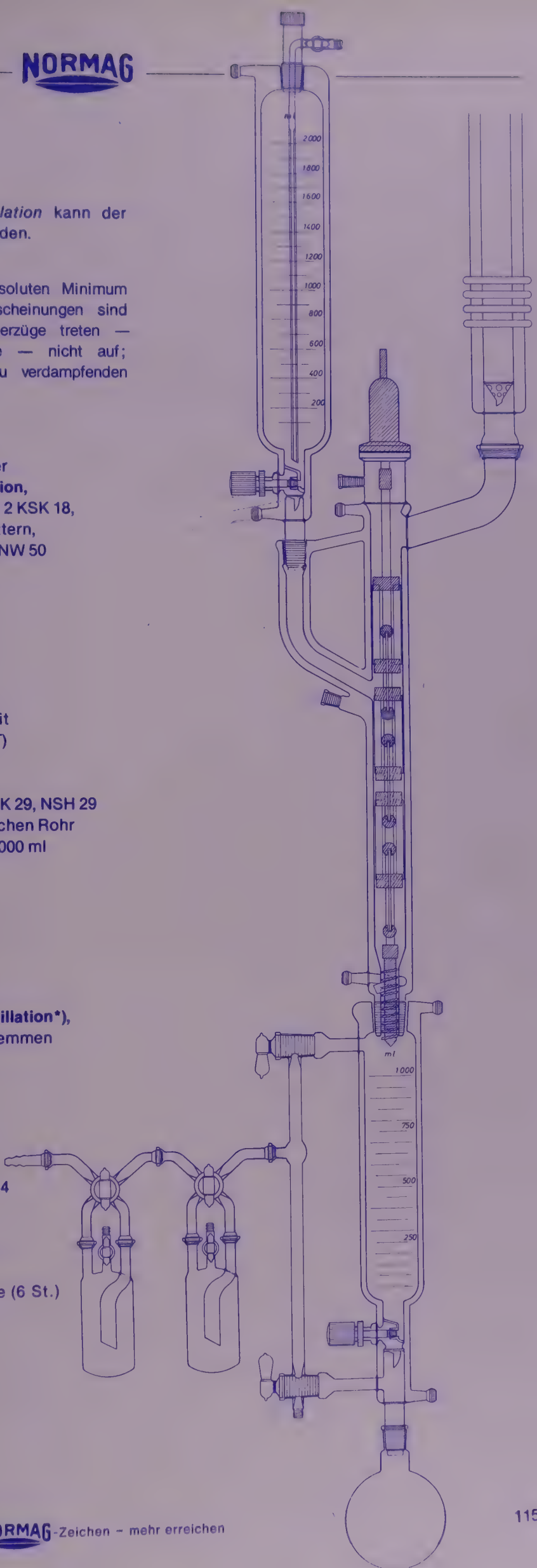
Auch zur *kontinuierlichen fraktionierten Destillation* kann der Dünnschichtverdampfer vorteilhaft eingesetzt werden.

Eine große Verdampfer-Oberfläche steht einem absoluten Minimum an Sumpf-Volumen gegenüber; Sedimentationserscheinungen sind durch die Flüssigkeitsführung vermieden; Siedeverzüge treten — der erzwungenen Oberflächenverdampfung zufolge — nicht auf; die Heizleistung kann der Thermolabilität der zu verdampfenden Substanz angepaßt werden.

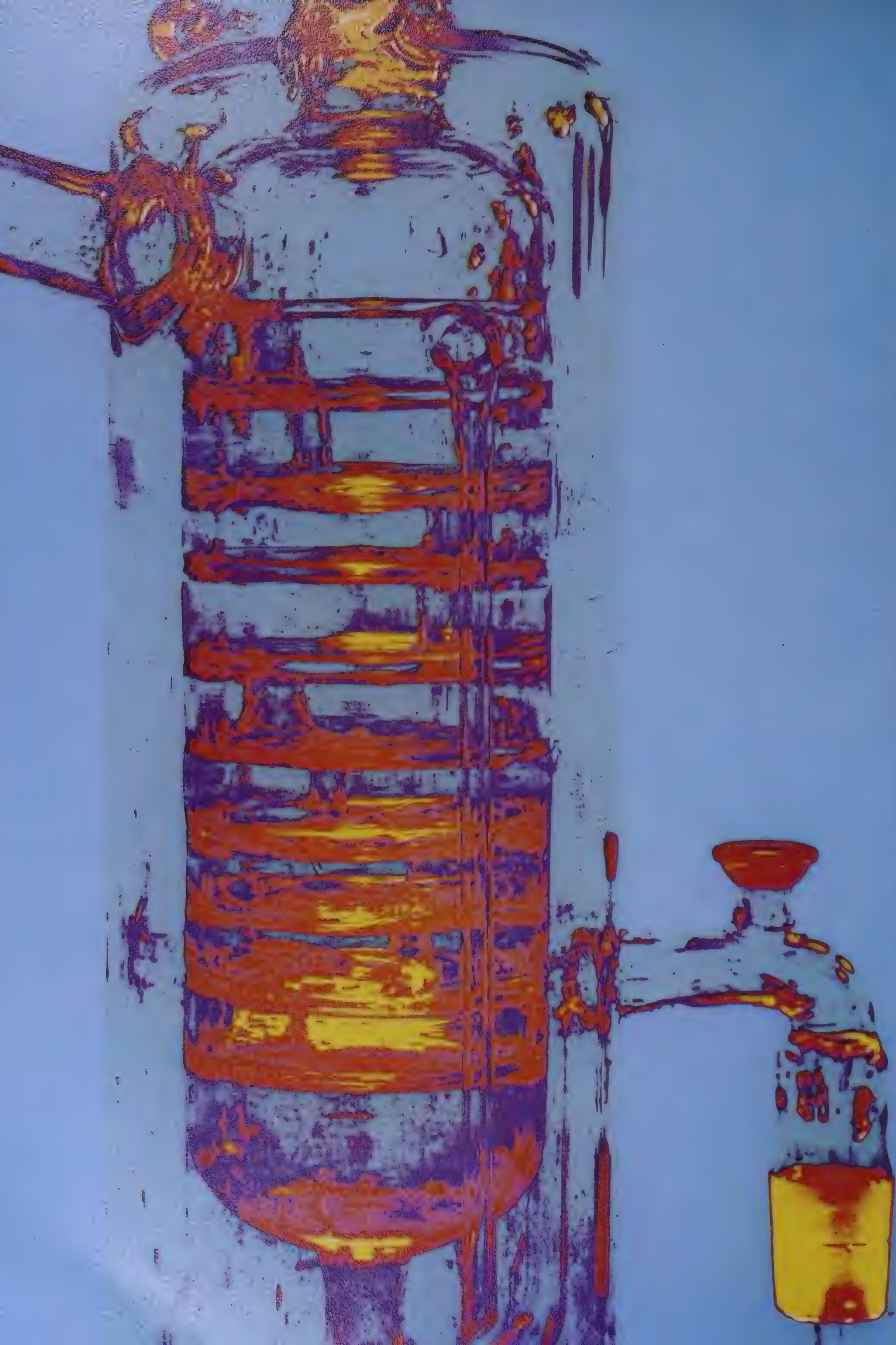
- 9301 Dünnschichtverdampfer** nach Nölkensmeier zur *kontinuierlichen fraktionierten Destillation*, mit seitlichem Ausgangsschliff KSS 55 und 2 KSK 18, komplett mit Glaswelle, 12 Glaswischerblättern, Antriebskopf und Pertinax-Verschraubung NW 50

Zubehör:

- 9206Vr Anschütz-Thiele-Vorlage** mit NSH 45 und NSK 29 und 2 KSK 18, mit Temperiermantel, mit austauschbarem Glasnadelventil zur fettfreien Sumpf-Abnahme, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostafon ET) Volumen 1000 ml
- 8055a Dosiertrichter** mit Temperiermantel mit NSK 29, NSH 29 und 2 KSK 18, mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr mit Norm-Hahn 3 NS, graduert, Volumen 2000 ml
- 1024 Vorlagekolben** mit NSH 29 Volumen 2000 ml
- 9060 Kontroll-Thermometer** mit NSK 14 (2 St.) 0—250° C, Einbaulänge 60 mm
- 9213 Kühlfallen-System für kontinuierliche Destillation^{*)}**, komplett mit 2 Kühlfallen, 7 Kugelschliffklemmen und 1 Makro-Olive mit KSK 18, auf Platte montiert
- 9300d Kippmanometer** nach Brunner ohne Quecksilberfüllung
- 9300e Hahnverbindungsstück** mit NSK 14, NSH 14 (Langschliffe) und Norm-Hahn 6 NS
- 1013 Normschliff-Stopfen** NSK 14 (Langschliff)
- 6999a V4A-Kugelschliffschale** KSS 18 mit Olive (6 St.)
- 7002 Kugelschliffklemmen** KS 18 (6 St.)



^{*)} s. S. 163





**Kurzweg-Destillation
Kaskaden-Verdampfer**

Rotafilm®-Kurzwegverdampfer Typ LK 50

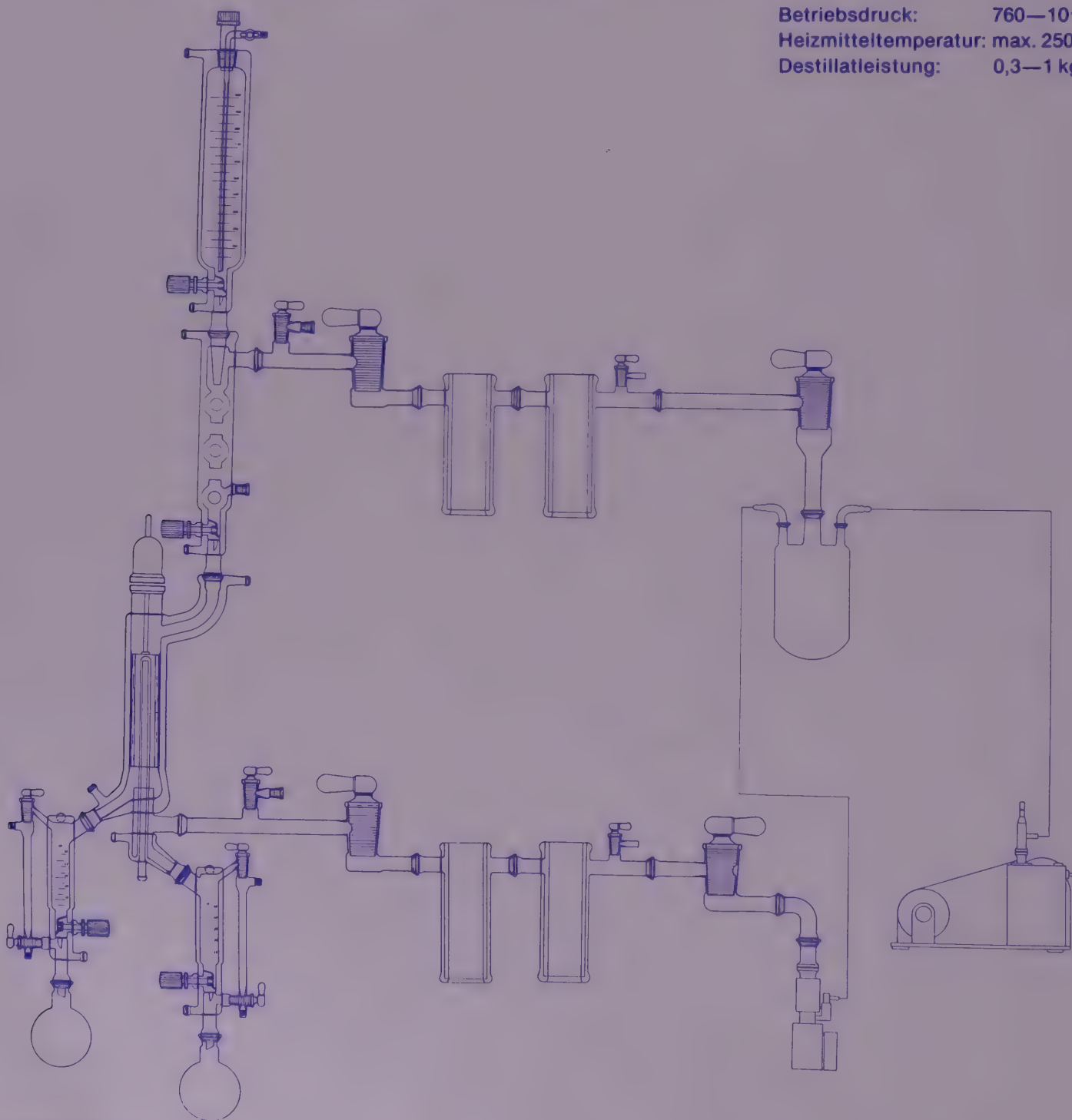
ROTAFILM-Kurzwegverdampfer werden zur Destillation von temperaturempfindlichen Produkten im Feinvakuumgebiet von $1-10^{-3}$ Torr eingesetzt. Die Verweilzeit des Produktes in der Heizzone beträgt nur wenige Sekunden. Die Anordnung des Kondensators im Zentrum des Verdampfers direkt der Heizfläche gegenüber, ermöglicht die Durchführung von Kurzweg- und Molekulardestillationen.

Der ROTAFILM-Kurzwegverdampfer Typ LK 50 ist aus Glas hergestellt und eignet sich für Kurzwegdestillationen im Labor. Der Verdampfer hat einen Innendurchmesser von 50 mm und eine Verdampferfläche von $0,032 \text{ m}^2$. Die Beheizung erfolgt mit einem flüssigen Wärmeträgermedium.

Ein rotierendes Wischersystem erzeugt den Flüssigkeitsfilm auf der Verdampferfläche. Die Wischerelemente aus Grafit oder Hostaflon® gleiten über die Heizfläche. Der Rotor wird von außen angetrieben. Die Wellendurchführung ist mit einem Simmerring und Sperrflüssigkeit abgedichtet. Die Dämpfe werden an dem Kondensator im Zentrum des Verdampfers niedergeschlagen. Das Destillat läuft an dem Kondensator nach unten zur Destillatvorlage. Der nicht destillierte Rückstand wird unterhalb der Heizzone in einem Ringkanal aufgefangen und seitlich in die Rückstandsvorlage abgeleitet.

Der Verdampfer kann zur Destillation von flüssigen und erstarrenden Stoffen eingesetzt werden.

Betriebsdruck: $760-10^{-3}$ Torr
 Heizmitteltemperatur: max. 250°C
 Destillatleistung: $0,3-1 \text{ kg/h}$



Maßstab 1:12

ROTAFILM®-Kurzwegverdampfer LK 50

Molekulardestillationsapparatur

- 9200 **Kurzweg-Destillationsanlage**, komplett bestehend aus:
- 9200a **ROTAFILM®-Kurzwegverdampfer LK 50** mit Planschliff NW 50, 3 KSK 35, KSS 35 und 4 KSK 18
- 9200b **Canzler-Antriebskopf (V4A)**
- 9200c **Canzler-Rotor (V4A)**
- 9200d **Canzler-Wischer (Hostaflon®)** (wahlweise Grafit-Wischer)
- 9200e **Vorentgaser** mit 2 KSK 35, KSS 35, NSH 14 (Langschliff) 2 KSK 18 und austauschbarem Glasnadelventil
- 8055KS **Dosiertrichter mit Temperiermantel** mit KSK 35 und NSH 29, mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr mit Normhahn 3 NS, graduert, komplett mit 3 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET) Volumen 1000 ml
- 9200fr **Anschütz-Thiele-Vorlage mit Temperiermantel** mit KSS 35, KSK 35, 2 Pumpen-Normhähnen 4 NS, 2 KSK 18 und austauschbarem Glasnadelventil, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET), rechte Ausführung, Volumen 50 ml
- 9200fl **Anschütz-Thiele-Vorlage mit Temperiermantel** mit KSS 35, KSK 35, 2 Pumpen-Normhähnen 4 NS, 2 KSK 18 und austauschbarem Glasnadelventil, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostaflon ET), linke Ausführung, Volumen 50 ml
- 7048 **Kurzhals-Rundkolben** mit KSS 35 (4St.) Volumen 500 ml
- 9200g **Zwischenstück (kurz)** mit 2 KSS 35, Pumpen-Normhahn 8 NS mit NSH 14 und Pumpen-Normhahn 20 NS
- 9200h **Zwischenstück (lang)** mit 2 KSS 35, Pumpen-Normhahn 8 NS mit NSH 14 und Pumpen-Normhahn 20 NS

- 9215KS **Hochvakuum-Ausfrierfallen** (2 St.)
mit KSK 35 und KSS 35
- 9215HKS **Hochvakuum-Ausfrierfallen** (2 St.)
mit KSK 35, KSS 35 und Belüftungs-
Pumpen-Normhahn 4 NS
- 9200i **Winkelstück**
mit 2 KSK 35 und Pumpen-Normhahn 20 NS
- 9200k **Hahnstück**
mit 2 KSK 35 und Pumpen-Normhahn 20 NS
- 9200l **Winkelstück**
mit KSS 35 und KSK 35
- 9200m **V4A-Übergangsstück**
KSS 35/ Flansch, passend zur Öl-Diffusionspumpe
(Flansch-Maße bitte angeben)
- 9200o **Puffer-Gefäß**
mit KSS 35 und 2 KSS 18
- 9200p **Schlauchanschlußstück, gebogen** (2 St.)
mit KSK 18 und Makro-Olive
- 1012 **Planschliff-Verschraubung NW 50**
Material: Pertinax, Hostaflon® (glasfaserverstärkt) -
Sprengringe
- 9200rU **Kugelschliff-Verschraubung KS 35** (2 St.)
Material: Pertinax, Hostaflon® (glasfaserverstärkt) -
Sprengringe
- 9200rN **Kugelschliff-Verschraubung KS 35** (15 St.)
Material: Pertinax, Hostaflon® (glasfaserverstärkt) -
Sprengringe
- 6999a **V4A-Kugelschliffschale KSS 18** mit Olive (8 St.)
(wahlweise: Gewinde)
- 4011 **Kugelschliffschale KSS 18** mit Olive (4 St.)
- 7002 **Kugelschliffklemmen KS 18** (14 St.)
- 1013L **Normschliff-Stopfen NSK 14** (Langschliff)
- 1013a **Normschliff-Verschraubung NS 14** (3 St.)
Material: Aluminium

Kaskaden-Verdampfer mit beheizten Böden

Der Kaskaden-Verdampfer mit beheizten Böden dient — im Gegensatz zum diskontinuierlich arbeitenden Siedekolben — zur kontinuierlichen Trennung von Flüssigkeitsgemischen, deren Siedepunkte sich um wenigstens 10° C unterscheiden [Grenzfall z. B. Aceton (Sdp. 56,2° C)/Methanol (Sdp. 64,6° C)].

Beheizt — sehr schonend beheizt! — wird der Kaskaden-Verdampfer mittels eines Umlaufthermostaten.

Das Gerät arbeitet vollkommen kontinuierlich und besitzt infolge der beheizten Böden eine große Verdampfungsfläche.

Das zu trennende Gemisch wird — z. B. über einen Dosiertrichter — kontinuierlich zugetropft. Das niedriger siedende Produkt wird über den oberen Kugelschliff-Stutzen abdestilliert und in einem nachgeschalteten Kühler kondensiert. Das höher siedende Produkt läuft über den Schwanenhals ab.

Im Labor und im Betrieb ist die Apparatur vielseitig einsetzbar. Eine wesentliche Anwendung dürfte in der sehr schonenden Aufkonzentrierung verdünnter Lösungen liegen. Aber auch die Rückgewinnung verunreinigter organischer Lösungsmittel besitzt große Bedeutung.

4000 Kaskaden-Verdampfer

mit KSS 55, NSH 29, KSK 35, NSH 14, 2 KSK 18, KSS 18 und Glasnadel-Ablabventil

1044a Destillierbrücke

mit KSK 55, NSH 14 und KSK 35

8055 Dosiertrichter mit Temperiermantel*)

mit NSK 29, NSH 29 mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr mit Norm-Hahn 3 NS, graduert, Volumen 500 ml, komplett mit 3 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafon ET)

7094 Intensivkühler

mit KSS 35, KSK 35 und angeschmolzenem Vakuumvorstoß mit KSK 18, komplett mit 2 Gewindeschlauchanschlüssen (Hostafon ET)

9060 Destillations-Thermometer NSK 14

0—250° C : 1/1°, EL 70 mm (2 St.)

7048V Kurzhals-Rundkolben

mit KSS 35 und Glasnadel-Ablabventil, Volumen 500 ml

7055V Zweihals-Rundkolben

mit KSS 35, KSS 18 und Glasnadel-Ablabventil, Volumen 1000 ml

4010 Kugelschliffschale KSS 18 mit Schwanz-Normhahn 4 NS

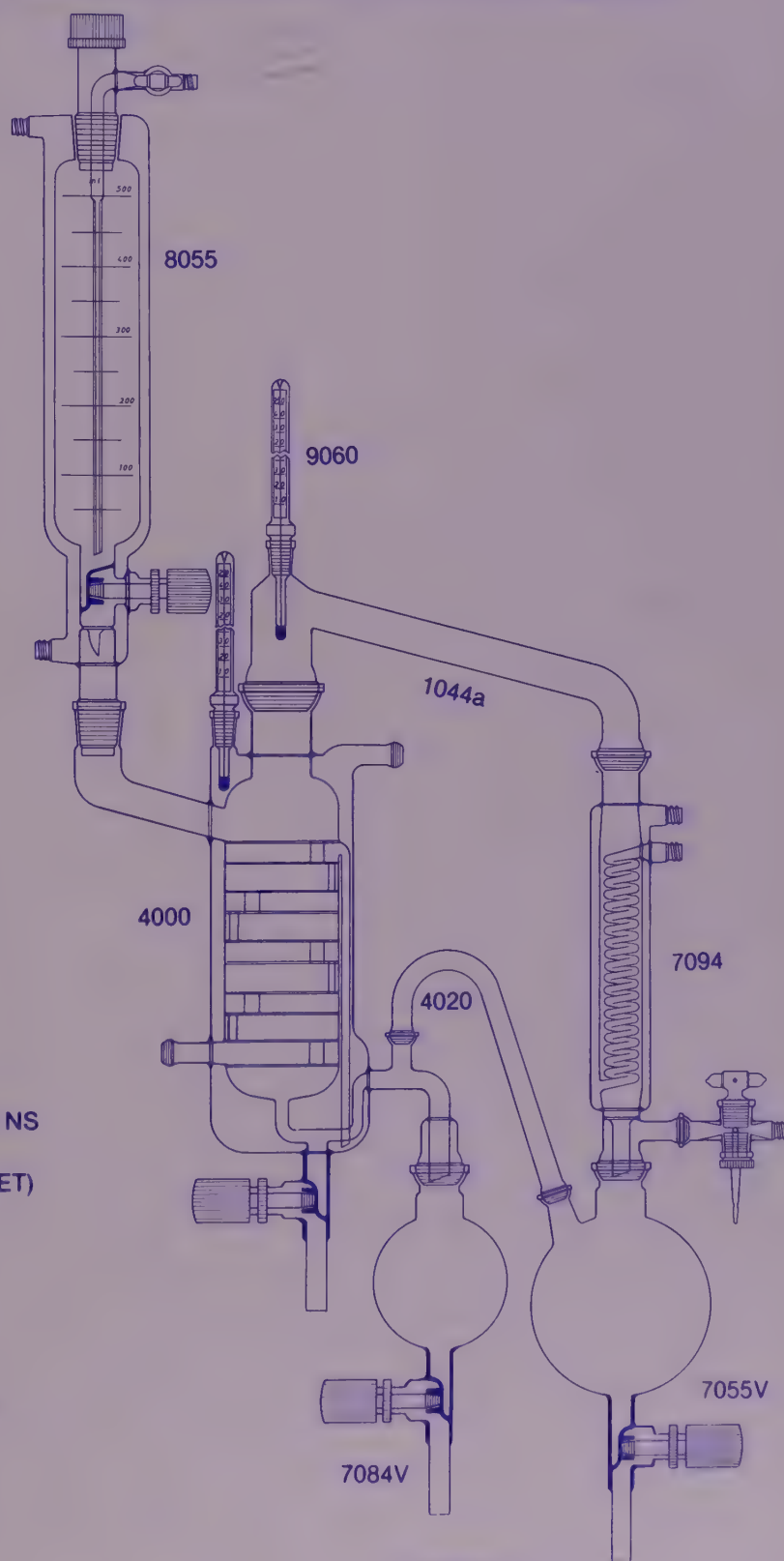
und Gewinde Rd 14, komplett mit Gewindeschlauchanschluß (Hostafon ET)

6999a V4A-Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive (2 St.)

4020 Verbindungsbogenstück

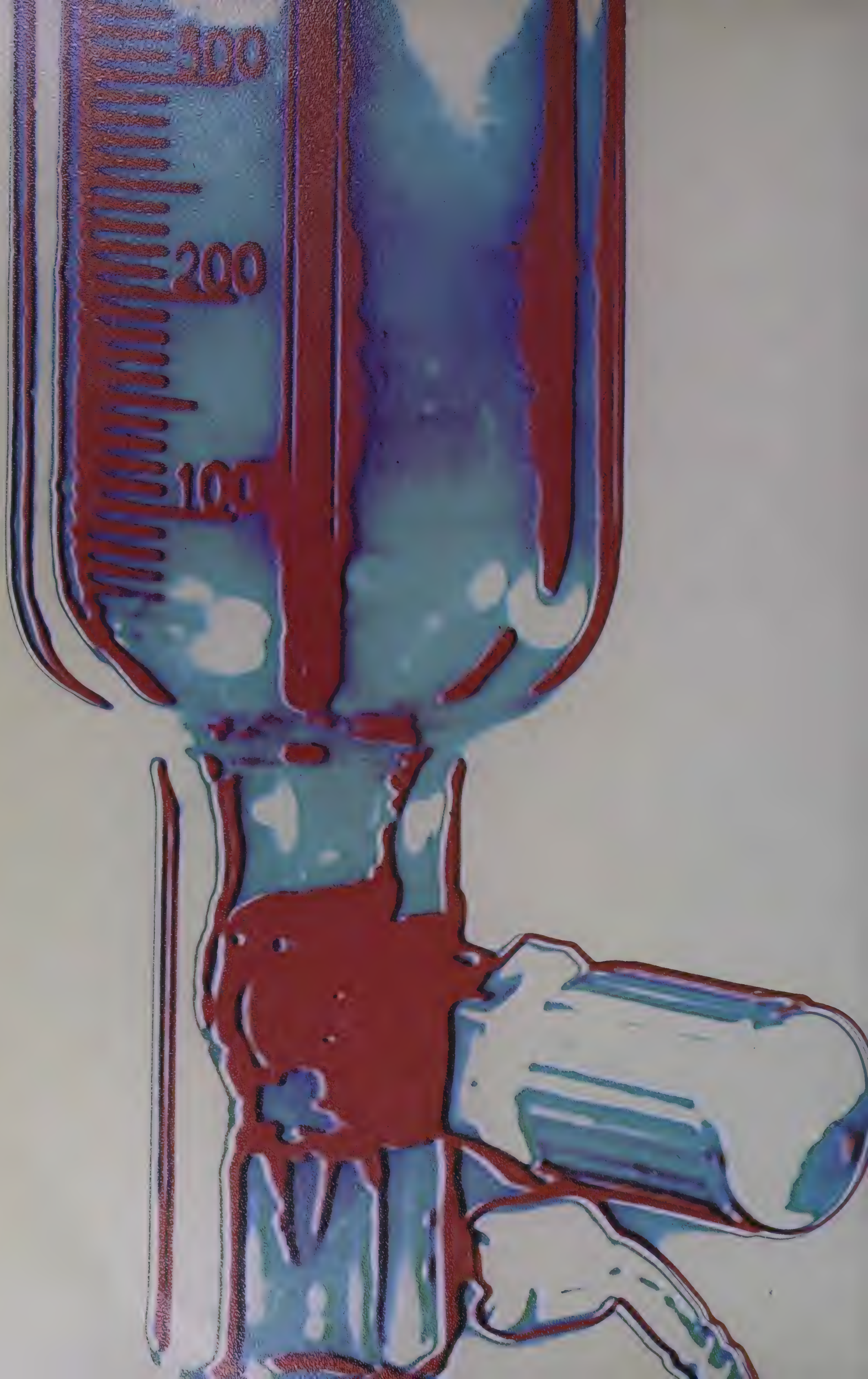
mit 2 KSK 18

7002 Kugelschliffklemme KS 18 (5 St.); KS 35 (3 St.); KS 55



Maßstab 1:6

*) vgl. S. 128





**Dosier-
Trichter**

Ein neues Glasnadelventil für fettfreies, sicheres Arbeiten unter Überdruck, Normaldruck und Vakuum, DBP 2155364

Ventile für den Laborglasgerätebau sind in den vergangenen Jahren in den verschiedensten Ausführungen auf den Markt gebracht worden.

Meist dienen dabei Ventil-Stempel aus thermoplastischem Material als Absperrorgane. Solche Ventile sind zwar einfach gebaut, bergen aber den Nachteil der geringen Formstabilität der Kunststoff-Stempel. Daher lassen sich diese Ventile eher zum Öffnen oder Schließen einer Leitung, weniger aber zum Feindosieren von Flüssigkeiten oder Gasen verwenden.

Aus diesem Grund haben wir schon vor etwa zehn Jahren nach einer kurzen Zeit unliebsamer Erfahrungen mit solchen Kunststoff-Stempeln die Nadelventile unserer Dosiertrichter mit Stempeln aus Glas versehen.

Diese Dosiertrichter mit Glasnadelventilen waren ein Novum auf dem Laborglasgerätesektor. Sie haben wegen ihrer großen Vorteile weite Verbreitung gefunden.

Es mußte ein ohne Werkzeug **nur mit Hand** einfach zu montierendes, leicht lösbares und leicht zu zerlegendes und dadurch einfach und schnell zu reinigendes Glasnadelventil mit **austauschbaren** Einzelteilen geschaffen werden.

Die nebenstehende Abbildung zeigt, wie die Aufgabe gelöst wurde:

Die Überwurfmutter (Hostaflon ET) wird mit dem Gewinde nach außen weisend über den Glasstutzen geschoben; zu deren Befestigung wird eine endlos verschraubte Spiralfeder (Chrom-Nickel-Stahl) in die Nut eingelegt. Die Gewindehülse aus Hostaflon ET trägt fest montiert eine Stopfbuchse (Hostaflon), durch die der Glasstempel vakuumdicht geführt wird.

Die Gewindehülse wird mit der Raste in die Aussparung am Glasstutzen geschoben und durch Verschraubung mit der Überwurfmutter fest mit diesem verbunden.

Der Glasstempel wird in den Mittelteil der Verschlußschraubkappe (Hostaflon ET) eingeschoben, so daß er mit seinem Glaskopf lose konzentrisch auf einem Messing-Einsatz ruht.

Mit Hilfe der Verschlußschraube (Hostaflon ET), die im oberen Teil mit einem das Öffnen und Schließen erleichternden Schlitz versehen ist (ein Zwei-Mark-Stück leistet dabei gute Dienste), wird der Glasstempel in seinen Sitz gepreßt und so festgehalten.

Der so befestigte Glasstempel wird durch die Hostaflon-Stopfbuchse in der Gewindehülse bis zum Anschlag eingeschoben.

Die Verschlußschraubkappe wird nunmehr bis zum leichten Anschlag des Glasstempelschliffes im Ventilsitz auf die Gewindehülse aufgeschraubt.

Zur Demontage des Ventils (z. B. beim Reinigen) braucht lediglich die Überwurfmutter von Hand losgeschraubt und der Ventilkopf abgezogen werden. Die Spiralfeder und die Überwurfmutter lassen sich leicht entfernen.

Das neue Glasnadelventil zum Dosieren von Flüssigkeiten und Gasen hat gegenüber den bisher bekannten Vorrichtungen dieser Art erhebliche Vorteile:

- Alle Bauteile sind standardisiert und können bei Bedarf ausgetauscht werden. Lediglich die Schaftlängen der Glasstempel variieren in Abhängigkeit von der Art des Glasgerätes. Doch haben wir uns bemüht, die verschiedenen Schaftlängen auf ein Minimum zu reduzieren.
- Das Glasnadelventil kann ohne Werkzeuge einfach von Hand leicht und schnell zusammengesetzt und, z. B. zum Zwecke der Reinigung wieder zerlegt werden.
- Die neue Ventilkonstruktion erlaubt eine wesentlich bessere Abdichtung des Ventilschaftes und ist vakuumdicht (10^{-4} Torr).
- Das neue Glasnadelventil dient zum fettfreien, sicheren Arbeiten unter Überdruck, Normaldruck und Vakuum.



Dosiertrichter DBP 1 259 728 (BASF) für Normaldruck — Vakuum — Überdruck

Bei vielen chemischen Reaktionen — z. B. kinetischen Untersuchungen, Zutropfen hochwirksamer Komponenten — oder auch bei Speisung kontinuierlich arbeitender Destillationskolonnen hat die Zuführung einer flüssigen oder gelösten Komponente über längere Zeiträume auch bei Druckschwankungen in einer einmal eingestellten Tropfensequenz zu erfolgen.

Unsere patentierten Dosiertrichter ermöglichen in einfacher und sicherer Weise sehr gute Betriebskonstanz.

Bedienungsanleitung:

Die in eine Apparatur einzutropfende Flüssigkeit wird durch den Einfüllstutzen 1 in das innere Gefäß, den Vorratsbehälter 2 des abgebildeten Tropftrichters, eingefüllt, wobei der Dreiweghahn 3 so eingestellt wird, daß das Druckausgleichsrohr 7 von der Apparatur zum Vorratsbehälter 2 offen, zu dem Raum zwischen den beiden Gefäßen, dem Niveaugefäß 4, geschlossen ist. Beim Einfüllen ist das Feinregulierungsventil 5 geschlossen. Die eingefüllte Flüssigkeit steigt im Niveaugefäß 4 nur bis genau zur Höhe der Auslauföffnung 6 des Vorratsbehälters 2, selbst wenn dieser voll gefüllt ist.

Soll in eine unter Druck stehende Apparatur eingetropft werden, so wird, nachdem der Einfüllstutzen 1 dicht verschlossen und mit Federn gesichert ist, der Dreiweghahn 3 so eingestellt, daß der Weg zum Niveaugefäß 4 frei und zum Vorratsbehälter 2 abgesperrt ist. Jetzt wird am Feinregulierungsventil die gewünschte Tropfgeschwindigkeit eingestellt. Das Nachlaufen der Flüssigkeit und der gleichzeitige Druckausgleich zwischen Apparatur und Vorratsbehälter 2 erfolgen durch dessen Auslauföffnung 6. In Höhe dieser Öffnung stellt sich im Niveaugefäß 4 automatisch ein konstantes Flüssigkeitsniveau ein.

Zum Eindosieren von Flüssigkeiten in eine unter vermindertem Druck stehende Apparatur bleibt der Dreiweghahn nach Einfüllen der in die Apparatur einzutropfenden Flüssigkeit so lange in Füllstellung, bis die gesamte Apparatur evakuiert ist.

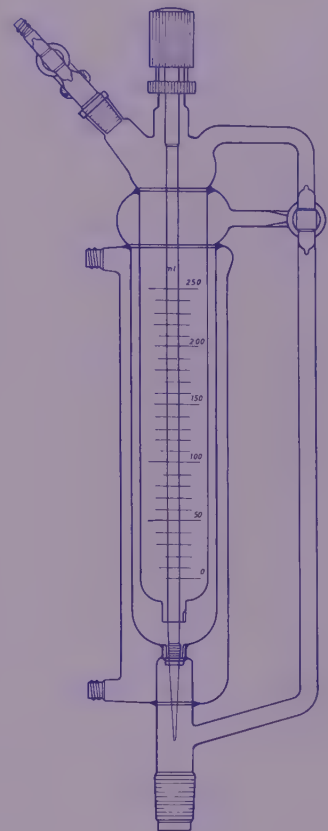
Dadurch wird erreicht, daß sich sowohl in der Apparatur als auch im Vorratsbehälter und im Niveaugefäß der gleiche Unterdruck einstellen kann.

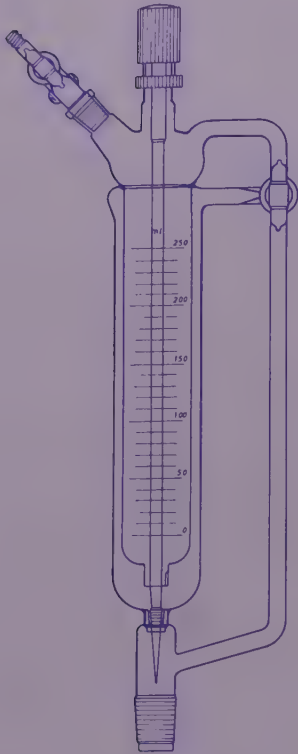
Dann wird der Dreiweghahn 3, wie in Absatz 1 und 2 beschrieben, auf Betriebsstellung umgestellt, d. h. so, daß der Weg zum Niveaugefäß 4 frei und zum Vorratsbehälter 2 versperrt ist. Die hierbei im Niveaugefäß auftretende Erhöhung des Flüssigkeitsspiegels, die durch den Dampfdruck der Flüssigkeit bedingt ist, wird dadurch rückgängig gemacht und das Niveau der Flüssigkeit wieder auf die Höhe der Auslauföffnung 6 eingestellt, indem man das Vakuum in der gesamten Apparatur entsprechend verringert.

Wirkungsweise:

Die einmal eingestellte Tropfgeschwindigkeit bleibt bis zur Entleerung des Vorratsbehälters 2 konstant, da in dieser Zeit in dem Niveaugefäß 4 stets eine gleichbleibende Flüssigkeitsmenge vorliegt, die ständig mit dem gleichen Druck, der auch in der Apparatur herrscht, belastet ist. Eine Drucksteigerung in der Apparatur verändert die Tropfgeschwindigkeit nicht, weil gleichzeitig derselbe Druck auch gegen das Tropfventil wirkt. Auch durch eine Erniedrigung des Drucks in der Apparatur wird die Tropfgeschwindigkeit nur unwesentlich beeinflußt.

Für ein einwandfreies Funktionieren des Dosiertrichters ist zu beachten: der Stempel des Glasnadelventils muß vollkommen fettfrei sein; die zu dosierende Flüssigkeit darf keine Schwebstoffe enthalten, die das Ventil zusetzen könnten; am Ventil dürfen sich keine Luftbläschen absetzen; die Hähne sollen einwandfrei gasdicht sein, was durch die Herstellung gewährleistet ist. Weiterhin können nur noch starke Temperaturschwankungen als Störquelle auftreten.





8056
Maßstab 1:6

Dosiertrichter

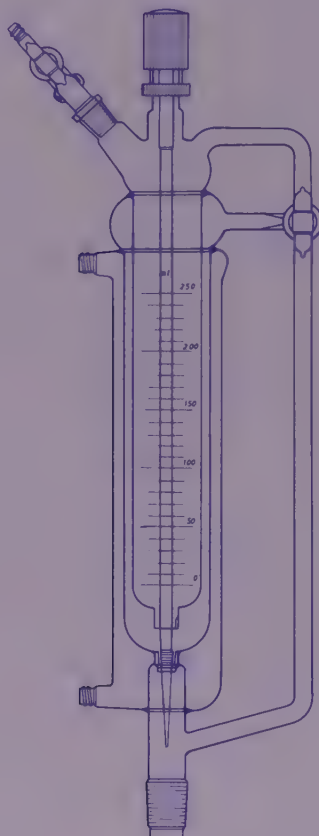
DBP 1 259 728 (BASF)

für Normaldruck — Vakuum — Überdruck
mit nichtaustauschbarem Glasnadelventil

- 8056 **Dosiertrichter mit NSK 29,**
NSH 19, Dreiwege-Normhahn 3 NS,
komplett mit Hahn-Aufsatz mit NSK 19
und Belüftungs-Normhahn 3 NS,
graduiert

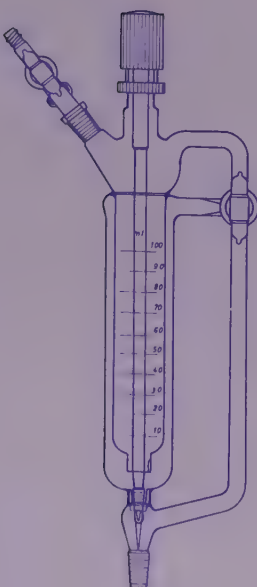
Volumen	100	250	500	1000	2000 ml
ml-Teilung	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1

Volumen	100	250	500	1000 ml
ml-Teilung	2/1	5/1	10/1	10/1



8057
Maßstab 1:6

- 8057 **Dosiertrichter mit Temperiermantel,**
mit NSK 29, NSH 19, Dreiwege-Normhahn 3 NS,
komplett mit Hahn-Aufsatz mit NSK 19 und
Belüftungs-Normhahn 3 NS,
graduiert und 2 Gewindeschlauch-
anschlüssen (Hostafon ET)



8156
Maßstab 1:6

- 8156 **Dosiertrichter mit NSK 14,**
NSH 14, Dreiwege-Normhahn 3 NS,
komplett mit Hahn-Aufsatz mit NSK 14
und Belüftungs-Normhahn 3 NS,
graduiert

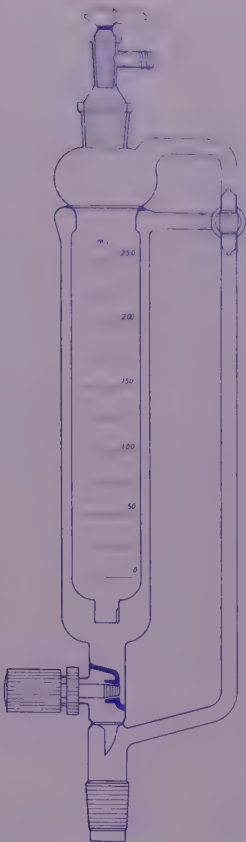
Volumen	50	100 ml
ml-Teilung	1/1	2/1

Über Dosiertrichter mit anderen Schliff-Größen unterbreiten wir Ihnen
gerne ein unverbindliches Angebot.

8053a Dosiertrichter DBP 1259728 (BASF)

mit NSK 29, NSH 29, graduiert,
mit seitlichem, austauschbarem Glasnadelventil
komplett mit Hahn-Aufsatz und mit NSK 29
und Pumpen-Normhahn 3 NS und 1 Gewinde-
schlauchanschluß (Hostaflon ET)

Volumen	50	100	250	500	1000	2000 ml
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1

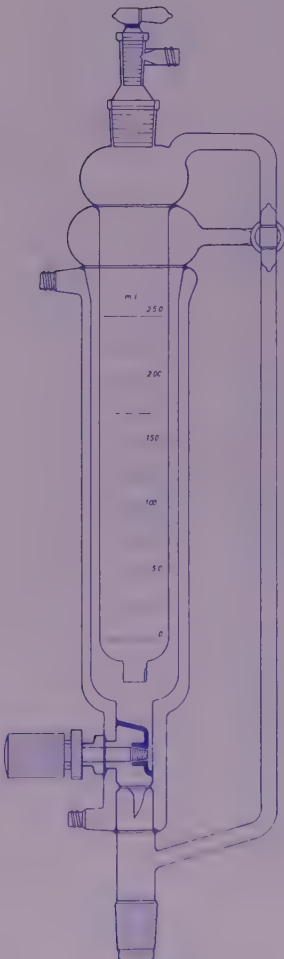


8053a
Maßstab 1:6

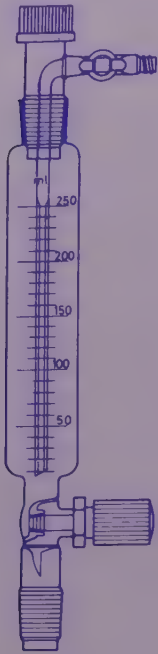
8053 Dosiertrichter mit Temperiermantel, DBP 1259728 (BASF)

mit NSK 29, NSH 29, graduiert,
mit seitlichem austauschbarem Glasnadelventil,
komplett mit Hahn-Aufsatz mit NSK 29 und
Pumpen-Normhahn 3 NS und 3 Gewindeschlauch-
anschlüssen (Hostaflon ET)

Volumen	50	100	250	500	1000	2000 ml
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1

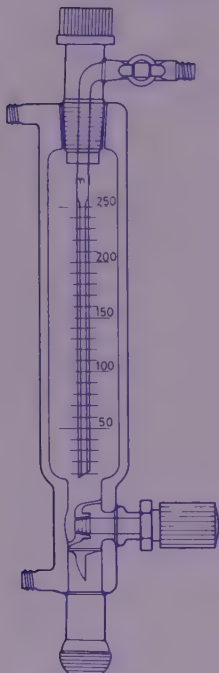


8053
Maßstab 1:6



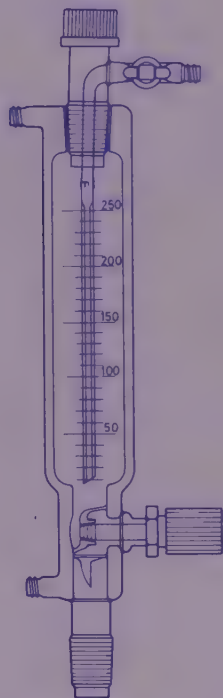
8054

Maßstab 1:6



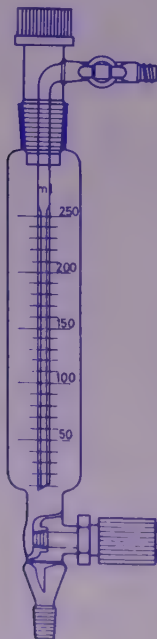
8055KS

Maßstab 1:6



8055

Maßstab 1:6



8154

Maßstab 1:6

Dosiertrichter

Die Dosiertrichter 8054 und 8055 sind mit dem bewährten Glas-Nadelventil DBP 2155364 ausgestattet. Durch dieses stabile Ventil ist die Tropfgeschwindigkeit sehr leicht einzustellen und durch Herausnehmen desselben der Trichter einfach zu reinigen.

8054 **Dosiertrichter** mit NSK 29 und NSH 29,
mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr mit Norm-Hahn 3 NS,
graduiert, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon ET)

Volumen	50	100	250	500	1000	2000	5000 ml
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1	50/1

Der Dosiertrichter mit 5000 ml Inhalt trägt als oberen Schliff einen NS 45.

8055 **Dosiertrichter mit Temperiermantel**
mit NSK 29 und NSH 29,
mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr
mit Norm-Hahn 3 NS,
graduiert, komplett mit 3 Gewindeschlauchanschlüssen
(Hostaflon ET)

Volumen	50	100	250	500	1000	2000	5000
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1	50/1

Der Dosiertrichter mit 5000 ml Inhalt trägt als oberen Schliff einen NS 45.

8055KS **Dosiertrichter mit Temperiermantel**
mit KSK 35 und NSH 29, mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr
mit Norm-Hahn 3 NS, graduiert, komplett mit 3 Gewinde-
schlauchanschlüssen (Hostaflon ET)

Volumen	50	100	250	500	1000	2000	5000
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1	10/1	10/1	20/1	50/1

8154 **Dosiertrichter** mit NSK 14 und NSH 29
mit einsetzbarem Mariotte'schen Rohr
mit Norm-Hahn 3 NS,
graduiert, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß (Hostaflon (ET))

Volumen	50	100	250 ml
ml-Teilung	1/1	2/1	5/1

Über Dosiertrichter mit anderen Schliff-Größen unterbreiten wir Ihnen gerne ein unverbindliches Angebot.





Gleichgewichtsbestimmungs- apparatur

Umlaufapparatur zur Bestimmung des Verdampfungsgleichgewichtes *)

nach Dr. Sieg, Dr. Röck et al., modifiziert

Arbeitsprinzip**):

Im unteren Teil der etwa 200 ml fassenden Siedeblase werden durch Außenbeheizung Dampfblasen erzeugt, die beim Aufsteigen die Flüssigkeit durchwirbeln und umrühren. Um gleichmäßiges Sieden von Flüssigkeiten auch mit schlechtem Siedeverhalten zu erreichen, kann in die Siedeblase ein Magnetstab, glas- oder Hostaflon®-umhüllt, eingebracht und mit Hilfe eines Magnetrührers agitiert werden. Auch mit Siedesteinchen sollte gleichmäßiges Sieden erreicht werden. Die Siedeblase wird bis kurz vor den Ansatz des nach oben führenden COTTRELL-Rohres gefüllt, so daß die emporsteigenden Dampfblasen Flüssigkeit vor sich herschieben, wenn sie das COTTRELL-Rohr passieren. Hierbei wird ein inniger Kontakt von Dampf und Flüssigkeit erzwungen. Gleichzeitig wird die Flüssigkeit durch den Dampf gefördert. Das Dampf-Flüssigkeits-Gemisch ergießt sich dann über die Temperatur-Meß-Stelle und trennt sich in nach oben entweichenden Dampf und nach unten abfließende Flüssigkeit. Der Spritzschutz und die Querschnittserweiterung sollen das Mitreißen von Flüssigkeitströpfchen verhindern. Die COTTRELL-Pumpe und der Dampfraum sind in einen mit einem Sichtstreifen versehenen silberverspiegelten, hochevakuierten Mantel eingebaut, dessen äußere Wände von einem Umlauf-Thermostaten auf Siedetemperatur gehalten werden. Diese Maßnahme soll eine partielle Kondensation des Dampfes vermeiden. Der Dampf strömt in den Kühler hinüber und wird totalkondensiert. Das Kondensat mit der gegebenen Dampfzusammensetzung läuft nach Passieren des Tropfenzählers und des Probenahmegefäßes zurück in die Siedeblase. Das ineinanderlaufende Röhrensystem bewirkt einen günstigen Wärmeaustausch zwischen beiden Phasen. Das Kondensat wird kurz vor dem Eintritt in die Blase mit der aus der COTTRELL-Pumpe über ein Probenahmegefäß ablaufenden Flüssigkeit wieder vermischt. Es werden also zwei „Umläufe“ überlagert: der Kreislauf des Dampfes und der Kreislauf der Flüssigkeit. Aus den beiden Probenahmegefäßen können nach momentanem Abschalten der Heizung und Einlassen von Inertgas die Proben zur analytischen Bestimmung entnommen werden. Als bequemste Analysenmethode dient bei organischen Flüssigkeiten die Bestimmung des Brechungsindex, aber auch mikroanalytische Bestimmungen lassen sich schnell und einfach durchführen. Mit Hilfe einer Injektionsspritze lassen sich der Gleichgewichtsapparatur durch die Silikongummi-Kappen bequem auch während des Betriebes Substanzproben entnehmen.

Die Heizung soll so einreguliert werden, daß im Tropfenzähler in 2 bis 5 sec. ein Tropfen erscheint (Kondensatfluß). Der Flüssigkeitsumlauf beträgt dann bei richtiger Füllhöhe 100—150 ml/min. An das schräg nach oben führende Rohr wird ein Manostat angeschlossen, der ein ausreichend großes Puffergefäß besitzen muß. Eine bestimmte Siedetemperatur kann damit durch Vorgabe des Druckes P einreguliert und durch Einführung von Thermometern, Widerstandsthermometern oder Thermoelementen in das entsprechende Rohr gemessen werden.

Die vorstehend geschilderte Apparatur ist verwendbar bei leichtem Überdruck, bei Normaldruck und bei Unterdruck. Bei Drucken unter 50 Torr kann diese Methode infolge des schlechten Siedeverhaltens der meisten Flüssigkeiten bei solchen Unterdrucken versagen.

*) vgl. Ss. 9 und 10

**) Die folgende Beschreibung ist ein teilweiser Auszug aus der Monographie: H. Röck „Destillation im Laboratorium“, Fortschritte der physikalischen Chemie 5, 1960, Dr. Dietrich Steinkopf Verlag, Darmstadt, S. 75 ff.

Umlaufapparatur zur Bestimmung des Verdampfungsgleichgewichtes

5000 Gleichgewichtsbestimmungsapparatur
mit silberspiegeltem Hochvakuummantel mit Sichtstreifen, komplett, bestehend aus:

5000a Gleichgewichtsapparatur
mit Hochvakuummantel, silberspiegelt

5000b Pilz®-Heizmanschette
300 Watt, 220 Volt

6999a V4A-Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive (2 St.)

4011 Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive

7002 Kugelschliffklemme KS 18 (9 St.); KS 12 (2 St.)

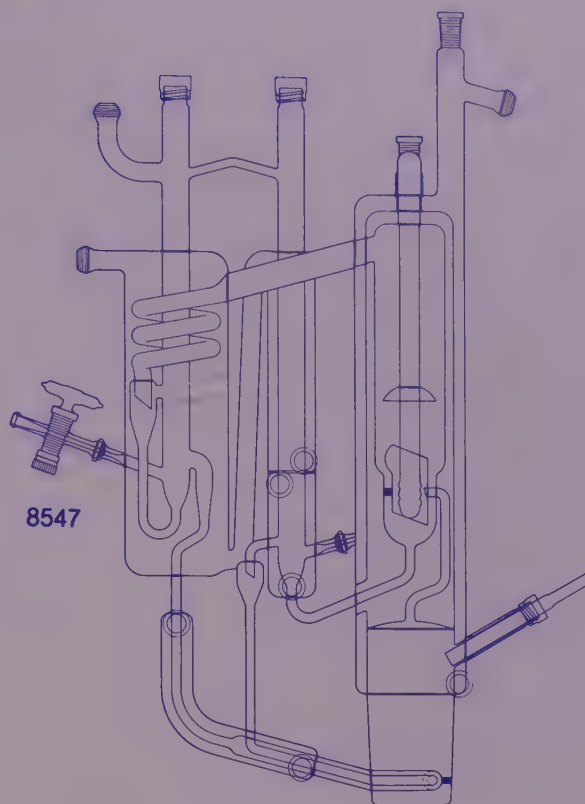
7004a Schraubkappe aus Hostaflon-ET (2 St.)

8547 Normhahnstück mit KS 12 (2 St.)

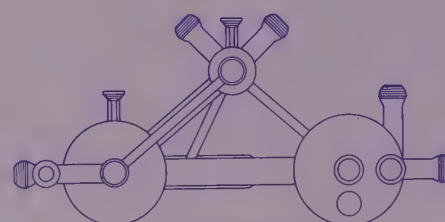
8548 Silikongummi-Kappe (2 St.)

9060 Griff-Thermometer mit NSK 14,
0—250° C : 1/1°, Einbaulänge 130 mm

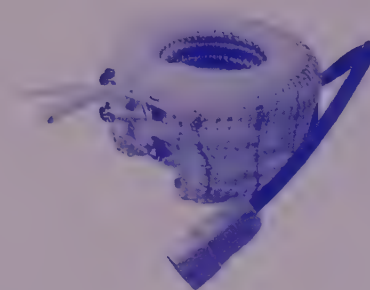
5002 Siedepunkt-Kontrollthermometer mit Griff,
mit NSK 14, Teilung 1° C : 1/1°, Einbaulänge 255 mm
a) 0—60° b) 50—110° c) 100—160° d) 150—210°



5000a



Aufsicht



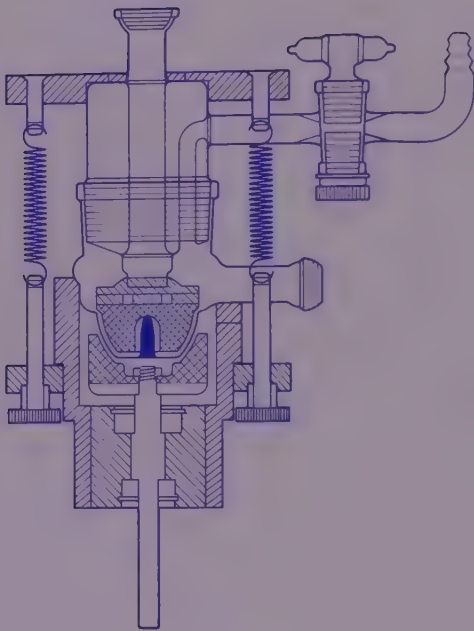
5000b





**NORMAG-Labor-Glaspumpe
mit Hostaflon[®]-Läufer**

NORMAG-Labor-Glaspumpe mit Hostaflon®-Läufer



9315

Maßstab 1:3

Die NORMAG-Labor-Glaspumpe besteht aus

1. dem Glaspumpengehäuse (einem Oberteil und einem Unterteil, die über einen mit Teflon-Manschette versehenen NS 45-Kurzschliff verbunden sind),
2. dem Pumpenläufer, einem halbkugelförmigen, vierfach polarisierten Magneten, der zur Vermeidung jeglicher Korrosionserscheinung total in Hostaflon eingebettet ist.
3. dem äußeren, geführten Gegenmagneten (siehe nebenstehenden Querschnitt), einem halbhohlkugelförmigen, ebenfalls vierfach polarisierten Magneten.

Die nach außen ragende 7 mm starke Welle kann in einem beliebigen Labor-Rührmotor befestigt werden.

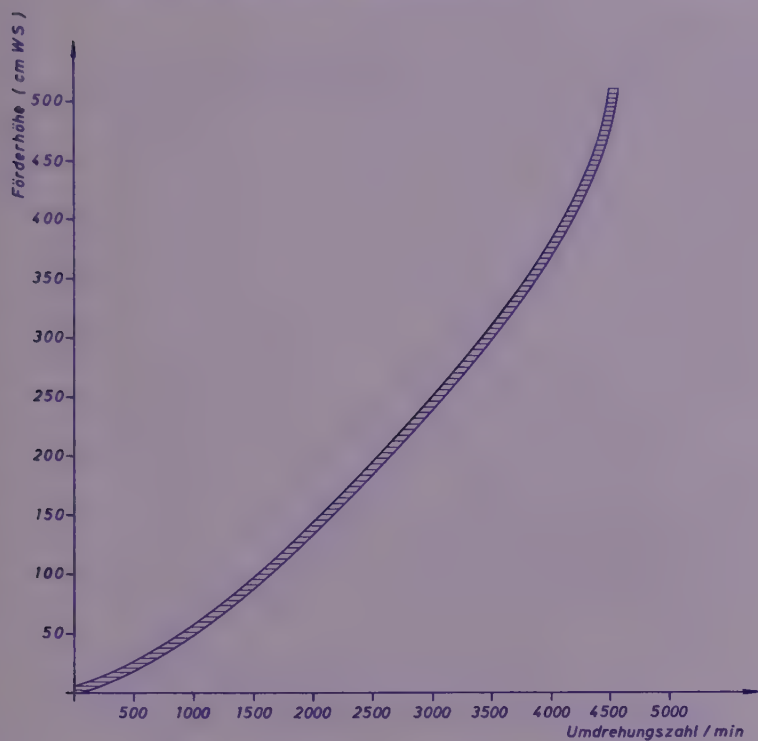
Der in Hostaflon® eingebettete Pumpenläufer wird nicht nur magnetisch mitgenommen, sondern außerdem magnetisch gelagert. Er läuft lediglich — zur Vermeidung der Reibung — auf einem Glaszapfen, der im unteren Teil des Glaspumpengehäuses angeschmolzen ist.

Niederviskose Flüssigkeiten können unabhängig von den Schmiereigenschaften und Temperaturen des Fördermediums, auch wenn sie geringe Mengen fester Stoffe enthalten, gefördert werden.

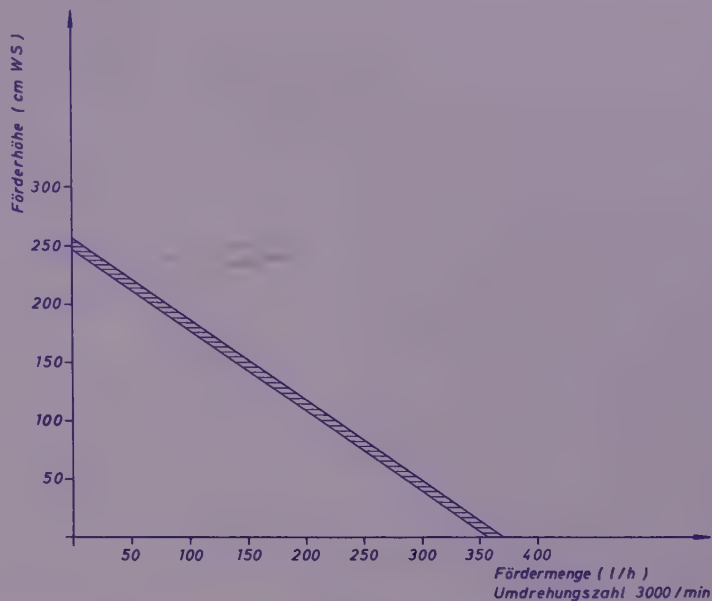
Über den seitlichen Hahn am Oberteil des Glaspumpengehäuses kann der Pumpenraum entlüftet werden. Die NORMAG-Labor-Glaspumpe wirkt bei vollkommener Entlüftung von Ansaugleitung und Pumpenraum selbstansaugend.

Duran 50/Solidexglas

Die Abhängigkeit der Förderhöhe von der Umdrehungszahl des Pumpenläufers zeigt Diagramm 1:



Die Abhängigkeit der Fördermenge von der Förderhöhe ist aus Diagramm 2 ersichtlich:



Die Messungen, die Diagramme 1 und 2 ergaben, wurden mit kaltem Wasser durchgeführt.

Die NORMAG-Labor-Glaspumpe kann — entsprechend den thermischen Eigenschaften des Hostaflon® — auch bei höheren Dauerstandstemperaturen eingesetzt werden.

9315 Normag-Labor-Glaspumpe, komplett

Einzelteile:

9315a Glas-Oberteil mit NSK 45, KSS 18 und Belüftungs-Normhahn 3 NS

9315b Glas-Unterteil mit NSH 45 und KSK 18

9314 Hostaflon®-Pumpenläufer

9313a geführter Gegenmagnet

9311 Pertinax-Halterung

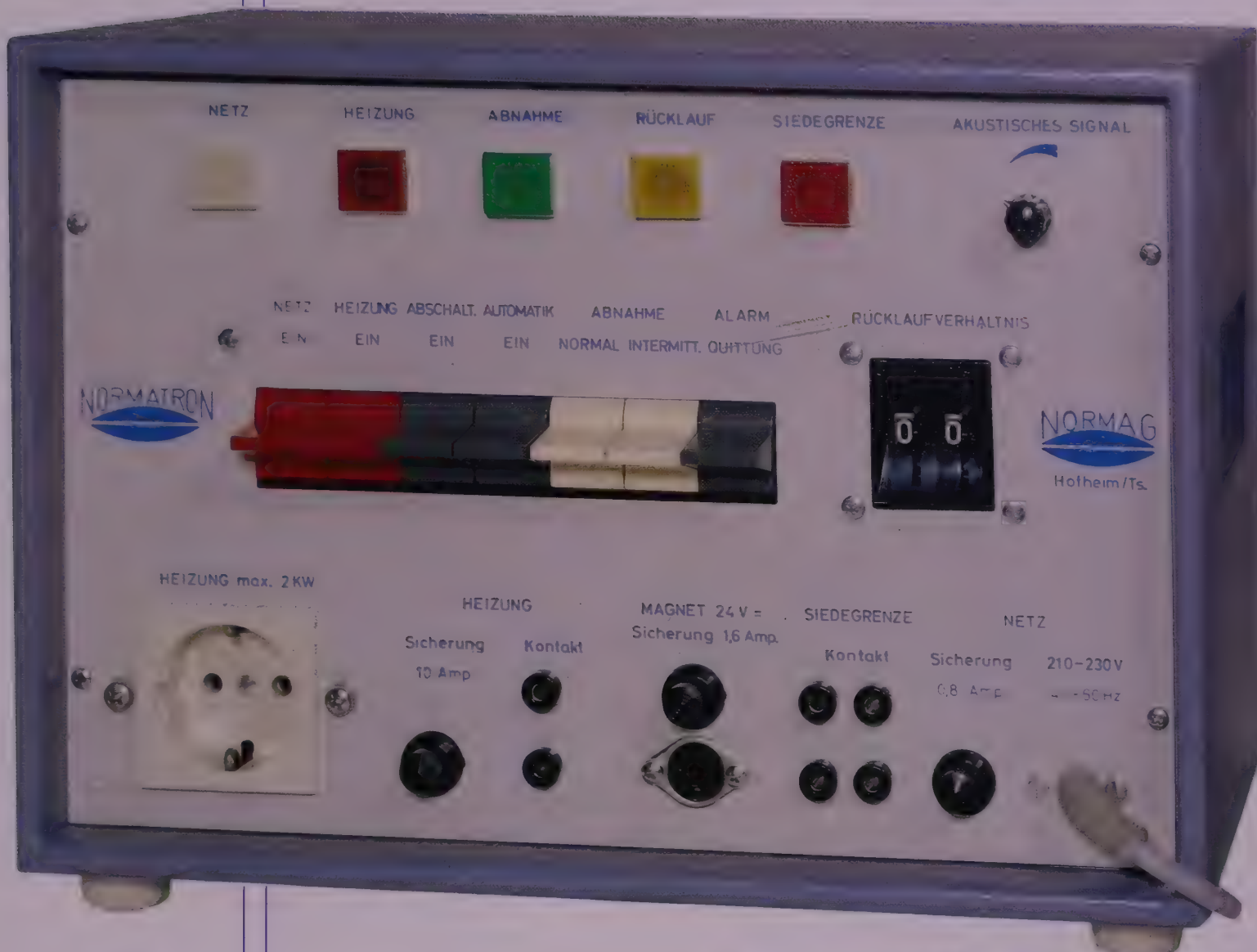
9312 Hostaflon®-Manschette NS 45

4011 Kugelschliffkugel KSK 18 mit Olive

4010 Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive

7002 Kugelschliffklemme KS 18 (2 St.)

NORMAG



**Automatik der
Kolonnen-
Destillation**

Eine neue Methode der Labor-Destillation

ist in den letzten Jahren gängig geworden.

Durch Vervollkommnung ständig auf dem modernsten Stand gehalten, findet diese Methode eine breite Anwendung in der Alltagsarbeit des Chemikers.

1. Die zunehmenden Reinheitsforderungen in der präparativen Chemie bedingen engere Siedegrenzen; höhere Rücklaufverhältnisse, größere Bodenzahlen und längere Destillationszeiten werden notwendig. Wegen der zeitraubenden Anheiz- und Stabilisierungsperioden der Kolonnen ist ein durchlaufender Tag-Nacht-Betrieb vielfach unerlässlich.
2. Das Merkmal großtechnischer Destillationsverfahren ist die kontinuierliche Arbeitsweise. Die Entwicklung dieses kontinuierlichen Prozesses wird heute zunehmend in das Labor verlegt, denn die Maßstabverkleinerung beschleunigt und verbilligt diese Arbeiten.

Präzise Funktion und hohe Reproduzierbarkeit verlangen für beide Anwendungsgebiete die Automatisierung bei der Regelung, Steuerung und Überwachung von Destillationsabläufen im Laboratorium. Durch das NORMATRON 75-System können mit einfachen Mitteln und wenigen universell verwendbaren Baukasten-Teilen viele Destillationsaufgaben gelöst werden.

Wir hoffen, daß die folgende Beschreibung Ihnen helfen kann, die mit unserem

NORMATRON 75-SYSTEM

gegebenen Möglichkeiten der Destillationsüberwachung zu erfassen.

Über diese kurze Beschreibung hinaus, sind wir gerne bereit, Sie in Ihrem speziellen Fall über die Anwendungsmöglichkeiten dieses Steuergerätes zu beraten.

Unser elektronisches Steuergerät NORMATRON 75

vereinigt mehrere Funktionen zur automatischen Überwachung eines Destillationsablaufes:

1. Regelung des Rücklaufverhältnisses (99 : 1 bis 1 : 99) in Zehner- und Einerstufen
2. Automatische Unterbrechung der Destillatabnahme am vorgegebenen Fraktionsendpunkt bei gleichzeitigem ertönen eines akustischen Signals wählbarer Lautstärke
3. Regelung der Destillationsgeschwindigkeit (Leistungsregler der Blasenheizung)
4. Wahlweise Abschaltung der Blasenheizung am Fraktionsendpunkt

Das NORMATRON 75 arbeitet in Verbindung mit unseren elektronisch geregelten Kolonnenköpfen (Flüssigkeitsteiler und Dampfteiler). Die Funktionen 2, 3 und 4 können auch für den Betrieb handgeregelter Kolonnenköpfe mit Kontaktthermometer verwendet werden.

Alle nachstehend beschriebenen eingestellten Funktionen werden durch Signallampen angezeigt.

Die Impulsgabe erfolgt auf Grund zweier Dekadenschalter, die eine numerische Einstellung erlauben, mit einer guten Reproduzierbarkeit von $\pm 1\%$.

Das NORMATRON-75-Gerät ist voll transistorisiert. Der Magnet wird mit einem Leistungstransistor angesteuert.

Das Rücklaufverhältnis wird an dem Vorwahlschalter RÜCKLAUFVERHÄLTNIS eingestellt. Der Temperaturgang der Zeitschaltglieder ist kompensiert. Für den Magnetstromkreis wird Niederspannung verwendet. Die elektrische Verbindung zum Kolonnenkopf ist dadurch einfach herzustellen und berührungssicher.

Zur Steuerung der Blasenheizung ist ein lage-unabhängiges Schaltschütz eingebaut, das bis 2 kVA schaltet. Der Geberstromkreis für Kontakt-Thermometer oder Sumpfdruckregler ist berührungssicher. Dieses hochohmige Schaltschütz arbeitet nicht nur mit Quecksilber als Kontakt-Flüssigkeit, sondern beispielsweise auch mit 1%iger Natronlauge, Schwefelsäure oder Salzlösung. Damit wird eine hohe Ansprechempfindlichkeit erreicht.

Die Destillation wird durch ein Kontakt-Thermometer im Kolonnenkopf überwacht. Bei Erreichen der am Kontakt-Thermometer vorgegebenen Siedegrenze wird der Stromkreis geschlossen, der das Gerät automatisch auf totalen Rücklauf schaltet. Der Magnet wird dann stromlos, unabhängig von jeder sonstigen Einstellung; gleichzeitig leuchtet ein rotes Blinklicht auf.

Gleichzeitig wird bei Erreichen des Fraktionsendpunktes, über den Schalter ABNAHME: INTERMITT. wählbar, entweder optischer Alarm (rotes Blinklicht) und akustischer Alarm (Lautsprecher) gegeben und die Kolonne bei totalem Rücklauf gehalten, **bis** die Lösch Taste des Steuergerätes betätigt wird (ABNAHME: BLOCKIERT [nicht gedrückter Schalter **ABNAHME: INTERMITT.**]);

oder optischer Alarm (rotes Blinklicht) und akustischer Alarm (intermittierender Lautsprecher) gegeben und die Kolonne **nur** während der Zeit der Überschreitung der Siedegrenze bei totalem Rücklauf gehalten. Bei erneuter Unterschreitung der Siedegrenze infolge totalen Rücklaufs wird selbsttätig wieder Destillat abgenommen (ABNAHME: INTERMITT. [gedrückter Schalter]).

Zugleich kann über die Schalterstellung ABSCHALT.: EIN [gedrückter Schalter] bei Erreichen der am Kolonnenkopf vorgegebenen Siedegrenze bzw. des Fraktionsendpunktes die Blasenheizung (bzw. die über das NORMATRON 75 gesteuerte Regellast der Blasenheizung) — je nach Stellung des Schalters ABNAHME: INTERMITT. — total ausgeschaltet oder intermittierend ab-, angeschaltet werden. Das intermittierende Verfahren erleichtert z. B. Destillationen, die mit gleichzeitiger chemischer Reaktion ablaufen (wie Veresterungen, Acetatbildungen, Kondensationen, Depolymerisationen).

Unser elektronisches Steuergerät NORMATRON 75 wurde speziell für das chemische Laboratorium entwickelt.

Es ist handlich, ohne besondere Vorrichtungen in der Nähe der Destillationskolonnen aufstellbar und weitgehend korrosionsfest. Es arbeitet auch im längeren Dauerbetrieb ohne Wartung.

Anschluß des Gerätes

Das elektronische Steuergerät NORMATRON 75 ist — zusammen mit den angeschlossenen Geräten: Kontaktthermometer, Sumpfdruckregler und Magnet — unter Berücksichtigung der geltenden VDE-Bestimmungen berührungssicher ausgeführt.

Netzstecker des NORMATRON 75-Gerätes mit Schuko-Stecker an 210—230 V, 40—60 Hz anschließen.

Magnet des Kolonnenkopfes mittels mitgelieferten Kabels mit Spezialstecker an der Buchse MAGNET des NORMATRON 75 anschließen. Der Magnetstromkreis ist durch die Magnetsicherung (1,6 A) vor Überlastung geschützt. Die Impulsdauer des Magneten (Abnahme) ist mit 2 sec. fest eingestellt, die Ausschaltperiode (Rücklauf) durch die RücklaufEinstellung mit der einstellbaren Zeit von 2 x sec. variabel.

HEIZUNG Kontakt: An dieser Buchse ist das Kontakt-Thermometer zur Regelung der Badtemperatur oder der Sumpfdruckregler anzuschließen. Der Schaltstrom ist so gering, daß eine Funkenbildung ausgeschlossen ist.

HEIZUNG (Schuko-Steckdose): Hier wird mittels Schuko-Stecker die elektrische Blasenheizung, bzw. die Regellast der Blasenheizung angeschlossen. Leistung: maximal 2 kVA! Werden höhere Leistungen benötigt, muß mit einem Zwischenrelais gearbeitet werden.

SIEDEGRENZE Kontakt: Im Kolonnenkopf wird ein Kontakt-Thermometer zur Überwachung der Siedetemperatur eingesetzt und mit diesen Buchsen verbunden. Der Schaltstrom ist so gering, daß eine Funkenbildung ausgeschlossen ist.

Bedienung der Kippschalter und des Vorwahlschalters

NETZ: EIN [gedrückter Schalter]: Die Netzspannung ist über diesen Schalter an-, bzw. abschaltbar. Die Betriebsbereitschaft des Steuergerätes wird durch die weiße Signallampe NETZ angezeigt.

HEIZUNG: EIN [gedrückter Schalter]: Hauptschalter für den Heizstromkreis. Der Betrieb der Heizung wird durch die rote Signallampe HEIZUNG angezeigt.

ABSCHALT.: EIN [gedrückter Schalter]: Dieser Schalter dient in der gedrückten Stellung zur blockierten oder intermittierenden Abschaltung der Blasenheizung in Abhängigkeit von der am Fraktionsendpunkt über SIEDEGRENZE Kontakt ansprechenden blockierten oder intermittierenden Abnahme.

In der Schalterstellung ABSCHALT.: AUS [nicht gedrückter Schalter ABSCHALT.: EIN] wird die Blasenheizung wie gewöhnlich nur vom Sumpf-Kontaktthermometer oder vom Sumpfdruckregler gesteuert.

In der Schalterstellung ABSCHALT.: EIN [gedrückter Schalter] wird die Blasenheizung **vorrangig** vom Kolonnenkopf-Kontaktthermometer geregelt:

- A. Spricht beim Erreichen einer vorgegebenen Siedegrenze der Kontakt SIEDEGRENZE in der Schalterstellung ABNAHME: BLOCKIERT [nicht gedrückter Schalter ABNAHME: INTERMITT.] an, so wird die Blasenheizung gleichzeitig mit der Schaltung auf totalen Rücklauf abgeschaltet. Das bedeutet also automatische Beendigung einer Destillation, z. B. nachts bei Erreichen einer vorgeschriebenen Übergangstemperatur.
- B. Spricht beim Erreichen einer vorgegebenen Siedegrenze der Kontakt SIEDEGRENZE in der Schalterstellung ABNAHME INTERMITT. [gedrückter Schalter] an, so wird die Blasenheizung — oder besser eine über das NORMATRON gesteuerte Regellast der Blasenheizung — gleichzeitig und in gleichen Intervallen ab- und angeschaltet.

Die kombinierte Schaltweise — HEIZUNG — ABSCHALT. — soll noch einmal ganz klar dargelegt werden:

1. Ist am Sumpf-Kontaktthermometer eine höhere Kontakt-Temperatur eingestellt als am Kontaktthermometer des Kolonnenkopfes, so schaltet dieses bei Erreichen der Siedegrenze nach A. oder B. vorrangig.
2. Sollte aus einem speziellen Grund die Kontakt-Temperatur des Sumpf-Kontaktthermometers tiefer gewählt worden sein als die des Kolonnenkopf-Kontaktthermometers, so schaltet bei Erreichen der entsprechenden Sumpf-Temperatur die Heizung ab. Fällt anschließend die Sumpf-Temperatur unter die Kontakt-Temperatur, so schaltet sich die Heizung automatisch wieder ein.

Fällt durch Bruch oder technisches Versagen eines der beiden Kontakt-Thermometer aus, übernimmt selbstverständlich das übriggebliebene die vorbeschriebenen Regelfunktionen.

AUTOMATIK: EIN [gedrückter Schalter]: In der Schalterstellung AUTOMATIK arbeitet das Zeitschaltwerk des NORMATRON 75 zur Erregung des Kolonnenkopf-Magneten automatisch, d. h. es wird im Kolonnenkopf ein ständiger Wechsel von Rücklauf (gelbe Signallampe) und Destillat-Abnahme (grüne Signallampe) herbeigeführt.

In der Schalterstellung AUTOMATIK: AUS [nicht gedrückter Schalter AUTOMATIK: EIN] wird der magnetisch bewegte Teiler des Kolonnenkopfes in der beabsichtigten Stellung festgehalten (bei ABNAHME: NORMAL [gedrückter Schalter]: Rücklauf; bei ABNAHME: UMKEHR [nicht gedrückter Schalter ABNAHME: NORMAL]: Abnahme).

ABNAHME: NORMAL [gedrückter Schalter]: ABNAHME: NORMAL sieht ein Rücklaufverhältnis > 1 vor, d. h. der Magnet am Kolonnenkopf wird während der kürzeren Impulszeit (2 sec.) auf Destillat-Abnahme geschaltet, während der längeren Abschalt-Periode auf Rücklauf.

Durch Schalten auf ABNAHME: UMKEHR [nicht gedrückter Schalter ABNAHME: NORMAL] wird der Steuervorgang umgekehrt; die kürzere Abschalt-Periode (2 sec.) gilt dem Rücklauf, die längere Impulszeit der Destillat-Abnahme, d. h. das Rücklaufverhältnis liegt jetzt bei dem mit Hilfe des Vorwahlschalters RÜCKLAUFVERHÄLTNIS eingestellten Bruchteil von 1.

Für gewöhnlich tritt bei der Laborkolonnendestillation der Bedarf der Schaltstellung ABNAHME : UMKEHR, d. h. also Rücklaufverhältnis < 1 so selten auf, daß ein Steuergerät aus *diesem* Grunde mit der Wahlschaltung UMKEHR nicht ausgerüstet sein müßte. Daß das NORMATRON 75 diese Wahlschaltung aufweist, hat seine Ursache einfach darin, daß aus glastechnischen oder auch räumlichen Gründen nicht alle elektronisch gesteuerten Kolonnen-Bauteile gleichsinnig hergestellt werden können.

Das heißt aber, daß durch Schaltung auf ABNAHME : UMKEHR gerade bei solch einem speziellen Kolonnen-Bauteil*) eine **normale** Rücklauf-Teilung erzielt wird!

ABNAHME: INTERMITT. Mit Hilfe dieses Schalters sind für die Funktion eines elektronisch gesteuerten Kolonnenkopfes nach erreichter, vorgegebener Siedegrenze zwei verschiedene Verfahrensabläufe vorwählbar.

Schalterstellung ABNAHME: BLOCKIERT [nicht gedrückter Schalter: ABNAHME: INTERMITT.]: Das Erreichen der Siedegrenze wird durch rotes **Blinklicht** und durch einen **Lautsprecher** (Dauerton) angezeigt. Durch Drücken des Schalters ALARM QUITTUNG wird dieses akustische Signal beendet und das rote Blinklicht in rotes **Dauerlicht** umgewandelt.

Nach Absinken des Siedepunktes (z. B. infolge des totalen Rücklaufs) oder nach Vorgabe einer neuen Siedegrenze (z. B. mit Einstellung eines höheren Rücklaufverhältnisses zur Abnahme eines Zwischenlaufes), wobei der Kontakt im Thermometer wieder geöffnet wird, schaltet das Gerät auf Betrieb um, und das rote Dauerlicht erlischt.

Wird das rote Blinklicht nicht durch Drücken der Löschaste quittiert, so bleibt der Alarmzustand (totaler Rücklauf) bestehen, auch wenn das Thermometer seinen Kontakt wieder geöffnet hat.

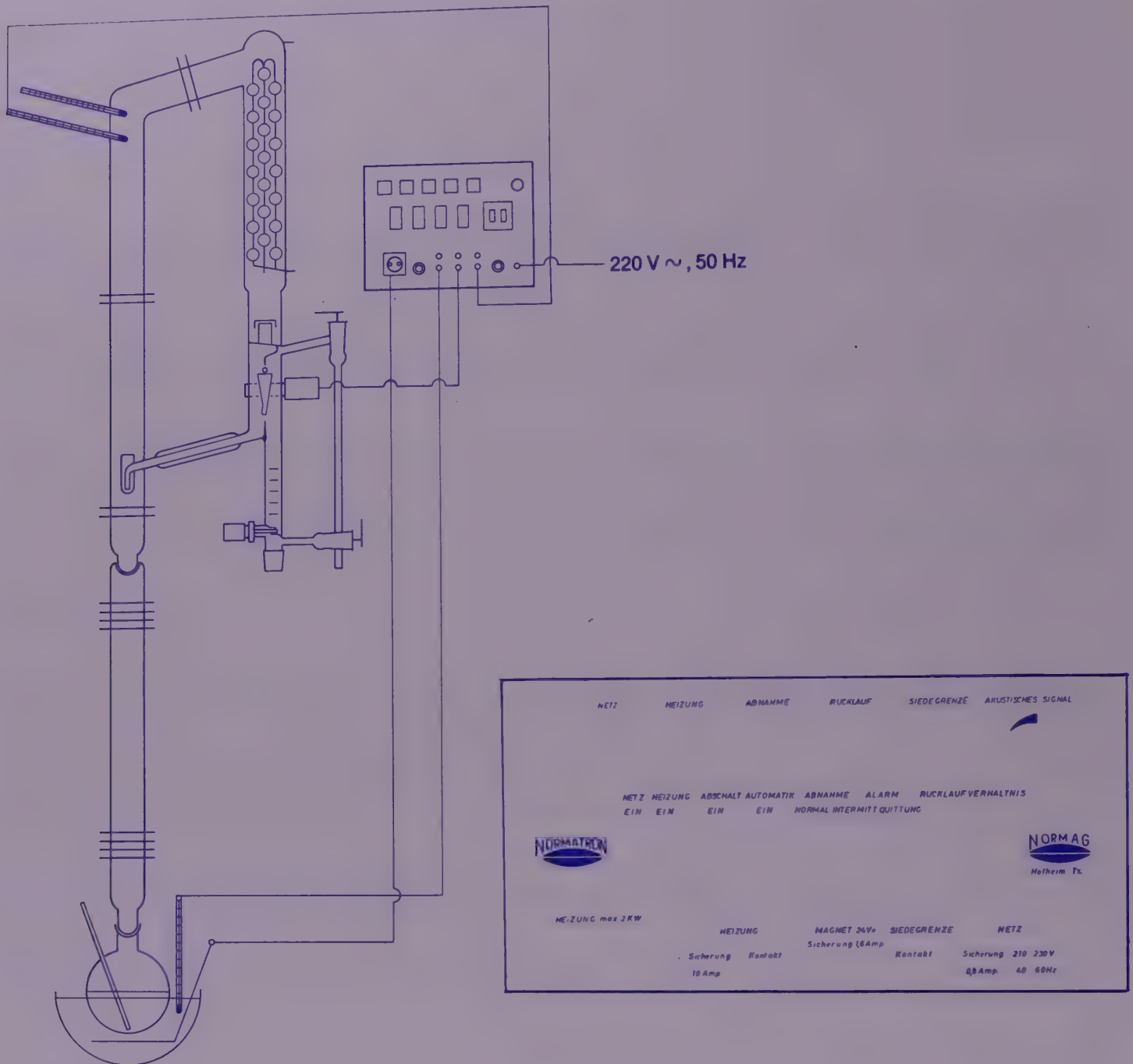
Schalterstellung ABNAHME INTERMITT. [gedrückter Schalter]: das Erreichen der Siedegrenze wird durch **akustischen Alarm** (intermittierender Ton) und durch das rote **Blinklicht** angezeigt. Nach Absinken des Siedepunktes (z. B. infolge des totalen Rücklaufs) oder nach Vorgabe einer neuen Siedegrenze (z. B. mit Einstellung eines höheren Rücklaufverhältnisses zur Abnahme eines Zwischenlaufes), wobei der Kontakt im Thermometer wieder geöffnet wird, schaltet das Gerät selbsttätig auf Betrieb um, und das rote Blinklicht erlischt.

Es ist bei dieser Schalterstellung also nicht notwendig (wohl aber möglich), den Alarm durch Drücken des Schalters ALARM QUITTUNG zu quittieren. Die Destillation wird beim Wiedereintritt der Betriebsbedingungen in jedem Falle selbsttätig weitergeführt. Die Schalterstellung ABNAHME INTERMITT. ist besonders für Destillationen geeignet, die ohne Beaufsichtigung ablaufen, wobei der Betrieb entsprechend den eingestellten Bedingungen intermittierend aufrechterhalten wird, oder für Destillationen, in deren Verlauf chemische Vorgänge stattfinden (z. B. Bildung leicht-siedender Verbindungen).

ALARM QUITTUNG: Durch Drücken dieses Schalters wird das als Alarmanzeige (Erreichen des vorgegebenen Fraktions-Endpunktes) erscheinende rote Blinklicht in rotes Dauerlicht umgewandelt.

Vorwahlschalter RÜCKLAUFVERHÄLTNIS: Das gewünschte Rücklaufverhältnis $x : 1$ wird an den beiden Raster-Rädern des Vorwahlschalters so eingestellt, daß man die Zahl x direkt aus den Zahlen des linken Zehner- und des rechten Einer-Rasterrades bildet.

*) z. B. S. 45, Normag-Nr. 9295b



9094 NORMATRON 75, elektronisches Steuergerät

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 50 Hz
Magnetspannung	: 24 V =, maximal bis 1.6 A belastbar
Rücklaufverhältnis	: 1:99 bis 99:1, Einerstufen
Impulszeit	: 2 sec.
Kontaktgeberbelastung Siedegrenze	: 10 V =, 0.0003 A,
Kontaktgeberbelastung Heizung	: 10 V =, 0.0003 A,
Ausgangsschaltleistung für die Heizung	: maximal 2 kVA bei 220 V ~, 50 Hz

Abmessung des Gerätes : Gehäuse - Breite 315 mm, Höhe 230 mm, Tiefe 190 mm

Gewicht : ca. 7 kg

MIKROMAT III

Nicht immer sind die durch unser elektronisches Steuersystem NORMATRON gegebenen kombinierten Regelfunktionen und Kontrollen eines Destillationsablaufes voll ausnutzbar.

Oftmals genügt es schon, bei einer Kolonnendestillation nur das Rücklaufverhältnis vorzugeben und exakt zu kontrollieren. Für diese einfache Destillations-Steuerung, die ohne irgendeine Kontroll-Einrichtung läuft, konnten wir ein kleines, transistorisiertes Zeitschaltgerät schaffen, dessen Fehlergrenze weniger als 5% beträgt und das — auch über eine äußerst lange Einschaltdauer — praktisch keine Erwärmung und damit keinen Temperaturgang aufweist.

Somit bleibt das einmal eingestellte Rücklaufverhältnis praktisch konstant. Das Zeitschaltgerät ist mit angeschlosssem Magnet (24 V =) abgestimmt worden.



9502 MIKROMAT III, elektronisches Zeitschaltgerät

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 50 Hz
Magnetspannung	: 24 V =, maximal bis 1.6 A belastbar
Rücklaufverhältnis	: 1 : 100 bis 100 : 1; Einerstufen
Impulszeit	: 2 sec.
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm
Gewicht	: ca. 4 kg

MIKROMAT IV

Das Zeitschaltgerät MIKROMAT IV erlaubt die Regelung des Rücklaufverhältnisses von 1:999 (Ausgang: NORMAL) bis 999:1 (Ausgang: UMKEHR) in Hunderter-, Zehner- und Einerstufen und umschaltbar von 1:99,9 (Ausgang: NORMAL) bis 99,9:1 (Ausgang: UMKEHR) in Zehner-, Einer- und Zehntelstufen.

Die Impulsgabe erfolgt auf Grund dreier Dekadenschalter, die eine numerische Einstellung erlauben, mit einer guten Reproduzierbarkeit von $\pm 1\%$.

Die Impulszeit für Destillatentnahme (Ausgang: NORMAL) beträgt fix 2 sec.

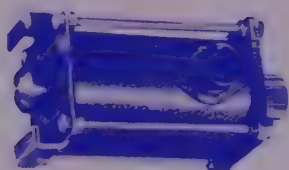


9504 **MIKROMAT IV**, elektronisches Zeitschaltgerät

Technische Daten:

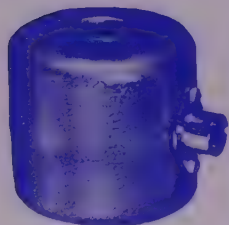
Anschlußspannung	: 220 V ~ , 50 Hz
Magnetspannung	: 24 V = , maximal bis 1.6 A, belastbar
Rücklaufverhältnis	: 999:1 bis 1:999, bzw. 99,9:1 bis 1:99,9
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm
Gewicht	: ca. 4 kg

Ersatz-Magnete



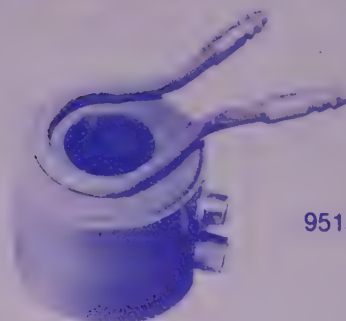
9505

9505 Ersatz-Magnet für Flüssigkeitsteiler, 24 V = ,
komplett mit Magnetkabel und Diodenstecker



9510

9510 Ersatz-Magnet für Dampfteiler, 24 V = ,
komplett mit Magnetkabel und Diodenstecker



9515

9515 Ersatz-Magnet für Dampfteiler, 24 V = ,
mit Kupferkühlschlange
komplett mit Magnetkabel und Diodenstecker

KONTASTAT

Relais, lageunabhängig

Bestandteil unseres NORMATRON-Gerätes ist ein lage-unabhängiges Relais, das zur Steuerung oder Blasenheizung (Ein-/Aus-Schaltung) dient. Dieses transistorisierte Relais wird von uns auch getrennt als KONTASTAT angeboten.

Das **KONTASTAT** arbeitet in Kombination mit einem Kontaktthermometer. Es schaltet Leistungen bis max. 2 kVA. Der Schaltstrom ist so gering, daß eine Funkenbildung ausgeschlossen ist.

Der Geberstromkreis für Kontaktthermometer (oder Sumpfdruckregler) ist berührungssicher. Dieses hochohmige Relais arbeitet nicht nur mit Quecksilber als Kontaktflüssigkeit, sondern beispielsweise auch mit 1%iger Natronlauge, Schwefelsäure oder einer Salzlösung. Damit wird eine hohe Ansprechempfindlichkeit erreicht. Unter Berücksichtigung der geltenden VDE-Vorschriften berührungssichere Ausführung.



8109 KONTASTAT, Relais, lageunabhängig

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~ , 50 Hz
Ausgangsleistung	: maximal 2 kVA bei 220 V ~ , 50 Hz
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse - Breite 205 mm, Höhe 80 mm, Tiefe 130 mm
Gewicht	: 1.7 kg

NORMAG



Vakuum-Regelung

Vakuum-Regler NORMASTAT 75

Regelbereich: Beliebig zwischen 760 und 3 Torr, bzw. 10^{-3} Torr

Elektronisch gesteuert: Erhöhte Betriebssicherheit und Schaltgenauigkeit

Organische Kontaktflüssigkeit (Triäthylenglykol): Gesteigerte Empfindlichkeit, bzw. **Quecksilber** als Kontaktmedium

Minimale Kontaktbelastung: Keine verschmutzten und verschmorten Kontakte

Wählbare Regelprinzipien: Entweder partielle Absaugung oder Inertgas-Zugabe

Keine Druckstöße: Für mehrere Regler nur eine Vakuumpumpe erforderlich

Vakuum-Regler NORMASTAT 75

Der Regler wird zwischen Vakuum-Pumpe und Rezipient geschaltet. Dabei ist unbedingt zu beachten, daß wenigstens zwischen Rezipient und Vakuum-Regler, am besten aber auch zwischen Vakuum-Pumpe und Regler, eine gute Kühlfalle,*) geschaltet wird, um jede Verschmutzung des Reglers zu vermeiden.

1. Regelung nach dem Prinzip der partiellen Absaugung

Der Rezipient wird an den Stutzen „Kolonne R“, die Vakuum-Pumpe an den Stutzen „Normal P₁“ angeschlossen. Der linke Hahn (über „Beiluft P₂“) wird geschlossen, der rechte Hahn (über „Normal P₁“) wird geöffnet.

Der Wahlschalter W wird auf Stellung „I Normal“ gebracht.

Der Hahn des Druckreglers D wird auf die Anfahrstellung A gedreht.

Nunmehr erst wird der Netzschalter S auf „Ein“ geschaltet.

Jetzt wird die Vakuum-Pumpe, die über „Normal P₁“ angeschlossen ist, eingeschaltet.

Sobald der gewünschte Unterdruck erreicht ist, wird der Hahn des Druckreglers D auf die Betriebsstellung B gedreht.

Um eventuelle Druckstöße zu vermeiden, kann der rechte Hahn (über „Normal P₁“) gegebenenfalls gedrosselt werden.

Nachstellen

a) Bei zu hohem Arbeitsdruck:

Der Hahn des Druckreglers D wird wieder auf die Anfahrstellung A gedreht.

Nun wird abgewartet bis der neue Arbeitsdruck erreicht ist, dann wird der Hahn wieder auf die Betriebsstellung B zurückgedreht.

b) Bei zu niedrigem Arbeitsdruck:

Zu niedriger Arbeitsdruck kann auftreten, wenn z. B. der Hahn des Druckreglers D beim Anfahren zu spät auf die Betriebsstellung B gedreht wurde. Der Hahn des Druckreglers D wird auf die Anfahrstellung A gedreht; der linke Hahn (über „Beiluft P₂“) wird leicht geöffnet, bis der gewünschte Druck erreicht ist.

In diesem Fall wird der Netzschalter S auf „Aus“ geschaltet.

Dann wird der linke Hahn wieder geschlossen.

Der Hahn der Druckreglers D wird anschließend auf die Betriebsstellung B gedreht und der Netzschalter S wieder auf „Ein“ geschaltet.

Abstellen

Der Hahn des Druckreglers wird auf die Anfahrstellung A gedreht. Diese Operation ist äußerst wichtig, da sonst infolge des Druckanstiegs die Reglerflüssigkeit (Triäthylenglykol bzw. Quecksilber) in das — 4 Liter große — Puffergefäß im rückwärtigen Teil des NORMASTAT 75 gedrückt wird.

Der Netzschalter S wird auf „Aus“ geschaltet.

Jetzt wird die Vakuum-Pumpe durch Schließen des rechten Hahnes (über „Normal P₁“) von dem System getrennt. Unabhängig davon kann die Vakuum-Pumpe nun nach Belüftung abgeschaltet werden.

Die Apparatur wird durch vorsichtiges Öffnen des linken Hahnes (über „Beiluft P₂“) langsam belüftet.

2. Regelung nach dem Prinzip der Inertgas-Zugabe

Anfahren

Der Rezipient wird an den Stutzen „Kolonne R“, die Vakuum-Pumpe an den Stutzen „Beiluft P₂“ angeschlossen.

Der rechte Hahn (über „Normal P₁“) wird geschlossen.

Der Wahlschalter W wird auf Stellung „II Beiluft“ gebracht.

Nun wird der Hahn des Druckreglers D auf die Anfahrstellung A gedreht.

Der Netzschalter S wird auf „Ein“ geschaltet.

Anschließend wird die Vakuum-Pumpe eingeschaltet.

Der linke Hahn (über „Beiluft P₂“) wird dann so weit geschlossen, daß der tatsächliche Druck etwa 2—5 Torr unter den gewünschten Arbeitsdruck zu liegen kommt.

*) s. S. 163, Normag-Nr. 9213

Anschließend wird der Hahn des Druckreglers D auf die Betriebsstellung B gedreht und der rechte Hahn (über „Normal P₁“), durch den die Inertgaszufuhr erfolgt, so weit geöffnet, daß der Regler in gleichmäßigen Abständen arbeitet.

Nachstellen

Eine Nachregelung sollte in diesem Falle nicht nötig sein.

Eventuelle Druckstöße können durch vorsichtiges Abstimmen des rechten und des linken Hahnes ausgeglichen werden.

Abstellen

Der linke Hahn (über „Beiluft P₂“) wird geschlossen.

Der Hahn des Druckreglers D wird auf die Anfahrstellung A gedreht. Nun kann die Vakuumpumpe nach Belüften abgeschaltet werden.

Der Wahlschalter W wird dann auf „I Normal“ gestellt.

Anschließend wird die Apparatur über den rechten Hahn (über „Normal P₁“) langsam belüftet.

Jetzt erst wird der Netzschalter S auf „Aus“ geschaltet.

9099a NORMASTAT 75, elektronischer Vakuumregler

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 50 Hz
Regelbereich	: 760—3 Torr
Kontaktflüssigkeit	: Triäthylenglykol (wasserfrei) [NaNO ₂]

Abmessungen des Gerätes: Gehäuse - Breite 335 mm, Höhe 245 mm, Tiefe 240 mm

Gewicht : ca. 11 kg

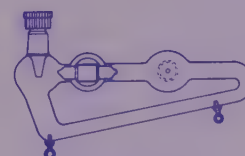
Der NORMASTAT 75 wurde wesentlich in seiner Leistung verbessert: der Vakuumweg erfährt jetzt keinerlei Einengung mehr, der Durchgang wird überall auf mindestens 6 mm Querschnitt gehalten. Das bedingte:

1. den Einbau zweier — wesentlich dichter — Glashähne, die gegeneinander austauschbar sind, anstelle der alten Metall-Spindeln.
2. Ein Magnet-Ventil mit 6 mm Durchgang wurde anstelle des alten 2-mm-Magnetventils eingebaut, was wiederum eine Änderung der Elektronik zur Voraussetzung hatte.

Schrägrohrmanometer

Anstelle des mit Triäthylenglykol gefahrenen U-Rohrmanometers, das einen Regelbereich von 760—3 Torr überstreicht, läßt sich über die V4A-Kugelschliffschale KSS 18 am NORMASTAT 75 leicht ein mit Quecksilber als Kontaktflüssigkeit betriebenes Schrägrohrmanometer anschließen. Dieses Schrägrohrmanometer besitzt trotz des wesentlich höheren spezifischen Gewichtes des Quecksilbers eine ausgezeichnete Ansprechempfindlichkeit.

9099b Schrägrohrmanometer mit KSK 18 Regelbereich: 760—10⁻³ Torr



9099 b
Maßstab 1:6

Proportional-Integralregler PIOSTAT

Der Proportional-Integral-Regler PIOSTAT dient zur Temperaturregelung durch kontinuierliche Verstellung elektrischer Heizungen, z. B. an Labor-Destillationskolonnen (Regelbereich 266° C). Vorteilhaft gegenüber Reglern mit schaltendem Ausgang ist: enorme Verbesserung des Reglerergebnisses, Erhöhung der Lebensdauer der Heizelemente. Durch den Fortfall mechanischer Kontakte arbeitet der Regler wartungsfrei und geräuschlos.



Arbeitsweise:

Der Regler PIOSTAT ist ein elektronischer, stetig wirkender Regler. Sein Regelverhalten wird durch ein Zeitglied bestimmt, das vom Ausgang des Reglers auf den Reglereingang wirkt und ein von den eingestellten Reglerparametern abhängiges Proportional- oder Proportional-Integral-Verhalten bewirkt.

Das Widerstandsthermometer bildet mit dem Sollwert und verschiedenen Festwiderständen eine Eingangsbrückenschaltung. Die der Regelabweichung proportionale Spannung wird über den Proportionalbereich-Einsteller einem Operationsverstärker zugeführt. Der integrierende Teil ist aus einem Netzwerk von RC Kombinationen gebildet. Die zur Aussteuerung des Leistungsteils benötigte Spannung beträgt 0–6 V. Der Leistungsteil selbst arbeitet nach dem Prinzip der Phasenanschnittsteuerung mit einem Zündwinkel von 0–180 elektr. Grade.

Bedienungsanleitung:

Das Widerstandsthermometer wird über einen Tuchelstecker an das Gerät angeschlossen, der Netzschalter in Schalterstellung „Ein“ gebracht. Der Sollwert ist am Digitalknopf einzustellen. Hierbei ist zu beachten, daß die Zahlen 000 bis 999 keine Temperaturwerte, sondern Widerstandswerte von 0 bis 100 Ohm betragen. **Statt der gewünschten Temperatur muß der Widerstandswert eingestellt werden, um den das PT 100 sich durch Temperatureinfluß erhöht.** In der nachstehenden Tabelle sind diese Widerstandswerte fixiert.

Beispiel: Sollwerttemperatur 170° C
Widerstandswert des Pt 100 bei 170° C: 164,76 Ohm
Einstellung am Digitalknopf 647

Grundwerte für Meßwiderstände
mit Platin-Wicklung (nach DIN 43 760)

°C	Ohm	Ohm/°C	°C	Ohm	Ohm/°C
± 0	100,00	0,390	140	153,57	0,375
10	103,90	0,389	150	157,32	0,373
20	107,79	0,388	160	161,05	0,371
30	111,67	0,387	170	164,76	0,371
40	115,54	0,386	180	168,47	0,369
50	119,40	0,384	190	172,16	0,368
60	123,24	0,383	+ 200	175,84	0,367
70	127,07	0,382	210	179,51	0,366
80	130,89	0,381	220	183,17	0,365
90	134,70	0,380	230	186,82	0,364
+ 100	138,50	0,378	240	190,46	0,362
110	142,28	0,378	250	194,08	0,362
120	146,06	0,376	260	197,70	0,360
130	149,82	0,375	270	201,30	0,358

Zulässige Abweichungen von den Grundwerten (nach DIN 43 760)
für Pt-Meßwiderstände

°C	Ohm	entspr. °C
0	±0.1	±0.3
100	±0.2	±0.5
180		
200	±0.4	±1.1
300	±0.6	±1.7

Tabelle der Symptome für die Fehlanpassung des Reglers:

Symptom	Ursache
Dauerschwingung	X zu klein T sehr viel zu groß
Bleibende Regelabweichung	T sehr viel zu groß
Kriechen der Regelgröße	X zu groß T zu groß
Einmalige Überschwungung beim Anfahren	X zu klein
Schwingverhalten beim Anfahren (Über- und Unterschwingung)	T zu klein
X : P-Bereich T : I-Zeit	

Bei kontinuierlichen Anlagen empfiehlt es sich, von Hand anzufahren. Hierzu ist auf Schalterstellung „Hand“ zu schalten und die erforderliche Leistung am Poti „Anfahren“ einzustellen. Das Instrument „Hand“ zeigt die eingestellte Heizleistung an. Ist die gewünschte Temperatur erreicht und durch Verstellen des Anfahr-Potis in etwa die richtige Heizleistung zur Beibehaltung der Temperatur gefunden worden, ist auf „Regeln“ umzuschalten. Voraussetzung hierfür ist, daß das Instrument „Regeln“ den gleichen oder ähnlichen Wert anzeigt, wie das Instrument „Anfahren“.

Maßgebend für diese Bedingung sind: Schalterstellung „PI“, angepaßte Werte an den Potis „P-Bereich“ und „I-Zeit“. Um diese Poti-Werte richtig einstellen zu können, muß das Verhalten des Reglers verstanden sein. Bei einem reinen P-Regler, wie wir ihn in Schalterstellung „P“ vorfinden, ist die Ausgangsleistung proportional zur Brückenabweichung. Der Regler gibt also nur Leistung ab, wenn der Ist-Wert kleiner als der Soll-Wert ist. Ist der Ist-Wert z. B. 3° C niedriger als der Soll-Wert, also eine Brückenabweichung von ca. 1% (ges. Regelbereich 266° C) und die P-Bereichseinstellung 20%, so beträgt die Ausgangsleistung 5%. Ein P-Regler hat also immer eine bleibende Regelabweichung.

Der I-Anteil sorgt dafür, diese zu beseitigen (Schalterstellung „PI“) und zwar in der Art, daß sich die Ausgangsleistung solange erhöht, bis die Regelabweichung 0 ist. Die Zeit, in der sich der P-Anteil bei einer bleibenden Regelabweichung verdoppeln würde, ist die I-Zeit. Bei einer Brückenabweichung setzt sich die Ausgangsleistung aus P- und I-Anteil zusammen. Bei Regelabweichung 0 liegt nur noch der I-Anteil vor.

8110 PIOSTAT
Proportional-Integral-Regler

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 50 Hz
Ausgangsleistung	: max. 1.2 kVA
Meßfühler-Eingang	: Widerstandsthermometer Pt 100 DIN
Regelbereich ges.	: + 266° C
Fühlerstrom	: < 10 mA
Ansprechempfindlichkeit, bezogen auf den Skalenbereich	: < 0,1%
Leitungswiderstand	: ca. 0,5 Ω
P-Bereich	: 2... 100% stetig einstellbar
Nachstellzeit (I-Zeit)	: 0,08... 18 Min. stetig einstellbar
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm
Gewicht	: ca. 4 kg

Temperatur-Regler TRITRON

Der **Temperaturregler TRITRON** ist ein Proportional-Temperaturregler, zum Anschluß an ein Widerstandsthermometer PT 100 ausgelegt. Zusätzlich besitzt er einen Eingang zum Anschluß eines Kontaktthermometers, das als Übertemperaturschutz dienen kann. Die regelbare Heizleistung kann maximal 1.7 kVA bei 220 V~ betragen. Die Heizleistung wird kontaktlos, d. h. elektronisch geregelt.



Das Gerät besitzt ein Instrument, daß sowohl den Istwert (die mit dem Widerstandsthermometer gemessene Temperatur) als auch den Sollwert (die mit dem Einstellknopf vorgewählte Temperatur) von 0—250° C anzeigt. Die gewünschte Anzeige wird erreicht durch Umlegen des Wahlschalters auf der Frontplatte. **Die Skala am Einstellknopf soll lediglich ein Richtwert sein und ist von 0—100% gekennzeichnet.** Auf der Frontplatte sind weiterhin die üblichen Bedienungselemente angeordnet wie Netzkontrolllampe, Netzsicherung, Netzschalter sowie eine verriegelbare Buchse für das Widerstandsthermometer, 2 Laborbuchsen für ein zusätzliches Kontaktthermometer und die Schukosteckdose zum Anschluß der Heizung. Die Netzzuführung erfolgt von der Rückseite her über ein 3poliges Kabel mit angespritztem Schukostecker.

Bei Inbetriebnahme des Gerätes soll zuerst überprüft werden, ob alle Anschlüsse richtig vorhanden sind. Zur Kontrolle wird das Instrument erst auf Istwert geschaltet, da man ungefähr weiß, welche Temperatur der Fühler oder das Bad bei Beginn haben wird (meist Raumtemperatur).

Nun schaltet man das Instrument auf Sollwert um und wählt die gewünschte Temperatur mittels des Drehknopfes. Dann schaltet man wieder zurück auf Istwert-Anzeige. Ist die Temperaturdifferenz zwischen Istwert und Sollwert groß, wird die Heizung nun mit voller Leistung angesteuert. Die Heizleistung verringert sich proportional mit dem Temperaturanstieg der Heizung. Da es sich bei dem Temperaturregler TRITRON um eine relativ einfache Regelung handelt, wird ein geringes Überschwingen bzw. Pendeln der Temperatur bei Beginn eintreten. Es ist sinnvoll, ein Kontroll-Thermometer im Bad zu haben, da das Anzeigeinstrument einen Fehler von etwa $\pm 2,5\%$ des Skalenwertes besitzt und in erster Linie als Anfahrhilfe und ständige Temperaturkontrolle dienen soll und nicht als exakte Temperaturmessung.

Auf der Rückseite ist noch ein Trimpotentiometer angeordnet, das zur Einstellung des Proportional-Bereiches dient. Es wird mittels Schraubenzieher eingestellt und zwar erstmals bei Inbetriebnahme der Anlage.

8107 **TRITRON**, elektronischer Leistungsregler (Proportionalregelung)

Technische Daten:

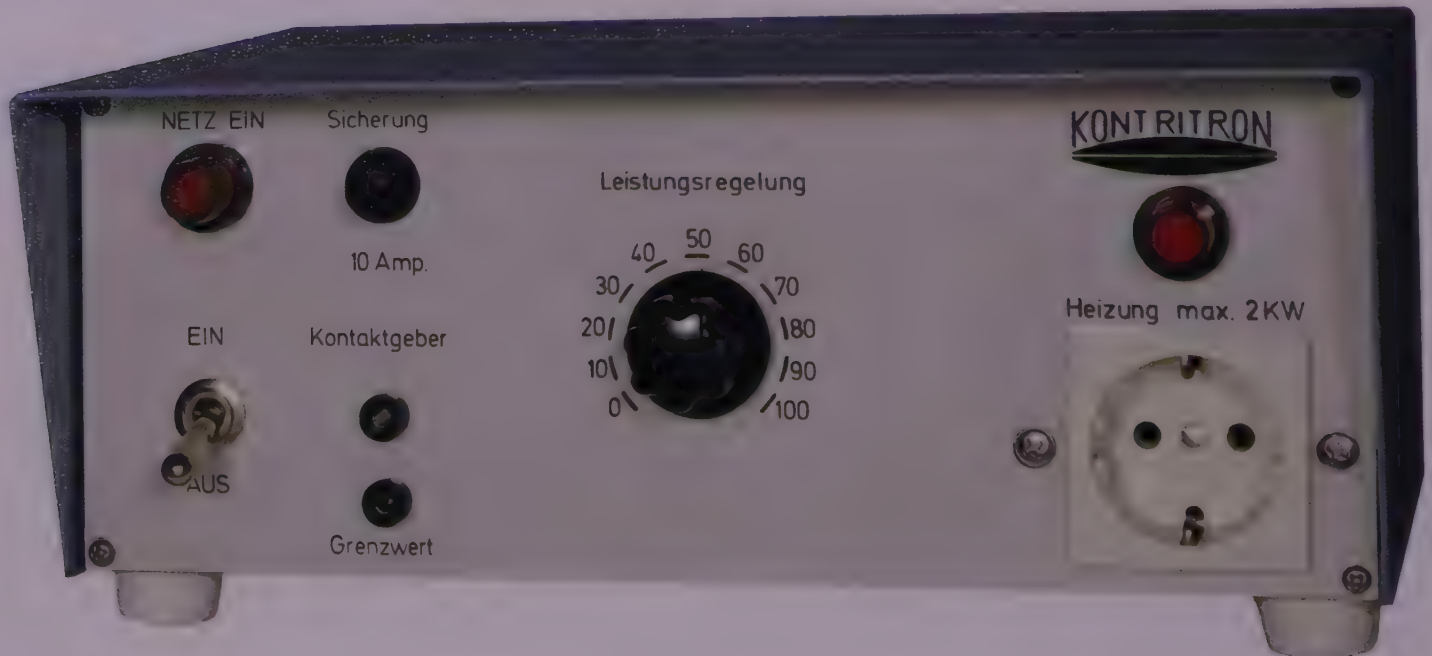
Anschlußspannung	: 220 V ~, 50 Hz
Ausgangsleistung	: max. 1.7 kVA
Ausgangsspannung	: ca. 200—210 V ~, 50 Hz
Leistungsaufnahme	: ca. 50 VA (Gerät ohne Heizung) — Gesamtleistungsaufnahme richtet sich nach der Heizleistung
Meßfühler-Eingang	: Widerstandsthermometer Pt 100 DIN
Fühlerstrom	: < 10 mA
Regelbereich, ges.	: + 250° C
Sicherheitsabschaltung	: Kontaktthermometer, Spannung ca. 15 V =, Schaltstrom 10 mA

Abmessungen des Gerätes : Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm

Gewicht : ca. 4 kg

Elektronischer Leistungssteller KONTRITRON

Das KONTRITRON ist ein einfacher, aber wirksam funktionierender elektronischer Leistungssteller (Triac). Im Bereich von 0—220 Volt kann jeder beliebige Wert eingestellt werden. Die Heizleistung beträgt maximal 2 kW. Ein Kontaktthermometer schaltet über „Kontaktgeber Abschaltung“ bei Erreichen der vorgegebenen Endtemperatur die Heizleistung total ab, bei Unterschreiten dieser Temperatur wird die Heizung wieder eingeschaltet.



8111 **KONTRITRON**
Elektronischer Leistungssteller

Technische Daten:

Anschlußspannung : 220 V ~, 50 Hz
Ausgangsleistung : max. 2 kVA
Endabschaltung : Kontaktthermometer, Spannung ca. 15 V =, Schaltstrom 10 mA

Abmessungen des Gerätes : Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm

Gewicht : ca. 3,3 kg

Wassermangelsicherung SECURAT

Die **Wassermangelsicherung SECURAT** besitzt einen Strömungswächter, der nur auf Strömung und nicht auf Druckverhältnis in der zu überwachenden Leitung anspricht. Der Kontakt des Strömungswächters steuert über einen Transistor ein **Magnetventil für 24 V**, das in die Wasserzuführung zum Kühler geschaltet wird. Zweckmäßiger Weise wird dieses Magnetventil direkt an den Wasserleitungshahn angeschlossen.



Zur Inbetriebnahme des Gerätes muß zuerst der Überbrückungstaster gedrückt werden, damit das Magnetventil erregt wird und Wasser hindurch läßt. Gleichzeitig wird auch die Heizung EIN-geschaltet. Nachdem Wasserdurchfluß vorhanden ist, wird der Strömungswächter ansprechen. Erst danach kann der Taster wieder losgelassen werden, wodurch nun die automatische Überwachung durch den Strömungswächter erfolgt.

Wird nun der Wasserfluß durch irgendwelche Umstände unterbrochen, so schaltet der Heizungsschalterschütz aus und das Magnetventil schließt.

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 42—60 Hz
Ausgangsleistung	: max. 2 kVA
Leistungsaufnahme	: ca. 25 VA (ohne Magnetventil und Heizleistung)
Ausgangsleistung für Magnetventil	: max. 25 VA bei 24 Volt =
Wasserdurchflußöffnung	: ca. 6 mm
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm
Gewicht	: ca. 5 kg

8108 **SECURAT**, Wassermangelsicherung
(lageunabhängig, einstellbare Empfindlichkeit)

8108S **SECURAT**, Wassermangelsicherung
(lageunabhängig, einstellbare Empfindlichkeit)
mit Störwert-Meldung mit Blinklicht und Hupe,
einschließlich Lampe auf Frontplatte und eingebautem elektronischen Summer

8108a **Magnetventil**
Wasserleitungsanschlußgewinde: 1/2", wahlweise 3/4"
Gewicht: ca. 1 kg



8108a

NIVOMAT, elektronischer Niveauregler

Der Niveauregler NIVOMAT dient zur Überwachung einer Flüssigkeitshöhe bzw. eines Niveaus. Es wird hierzu ein Niveaufühler mit zwei in verschiedener Höhe angeordneten temperaturabhängigen NTC-Widerständen (NTC = Negativ Temperatur Coefficient) eingesetzt. Aufgrund der Temperaturdifferenz zwischen der gasförmigen und flüssigen Phase, wenn ein Fühlerwiderstand nicht eingetaucht ist, sind die Widerstandswerte verschieden. Dieser Widerstandsunterschied beeinflusst einen Verstärker, der dann eine Schaltfunktion ausführt.



Das NIVOMAT ist vorzugsweise dazu eingerichtet, das Leerkochen eines Kolbens zu verhindern, in dem es bei Unterschreiten des eingestellten Niveaus die Heizung abschaltet und automatisch, falls das Niveau durch Kondensat wieder steigt, **nicht** mehr einschaltet. Diese Blockiervorrichtung wird mittels eines Wahlschalters an der Frontplatte ein- bzw. abgeschaltet. Das Gerät kann allerdings auch zur normalen Niveauregelung eingesetzt werden, wozu ein Leistungsausgang zum Speisen eines Ventiles mit 24 Volt = vorgesehen ist. Man wählt in diesem Falle die Funktion „INTERMITTIEREND“.

Der Verbraucher „HEIZUNG“ kann nur eingeschaltet werden, wenn ein Fühler eingesteckt wird. Wird der Fühlerstecker herausgezogen, so schaltet der Verbraucher automatisch ab.

Inbetriebnahme

Blockierter Betrieb

NETZ einschalten (Netzlampe: EIN, Lampe für AUSGANG: aus)

Wahlschalter auf-AUSGANG blockiert — VENTIL AUS — schalten.

Schalter AUSGANG EIN schalten (Lampe für Ausgang: aus). Fühler in Flüssigkeit tauchen und Fühlerstecker in die Buchse im NIVOMAT einstecken und verriegeln (Schraubverbindung); Taster AUSGANG EIN drücken (Lampe für AUSGANG: EIN). Ist der Fühler in Flüssigkeit eingetaucht, wird der Ausgang eingeschaltet und bleibt eingeschaltet, wenn der Flüssigkeitsstand normal bleibt. Wird der Flüssigkeitsstand unterschritten (oberer Fühlerwiderstand muß voll aus der Flüssigkeit heraus), so schaltet das NIVOMAT den Verbraucher (Ausgang) ab. Nach Auffüllen der Flüssigkeit (der obere Fühlerwiderstand muß voll eingetaucht sein) schaltet das Gerät den Verbraucher nicht selbsttätig ein, sondern es muß erst wieder der Taster AUSGANG EIN gedrückt werden.

Intermittierender Betrieb mit Ventil

Wahlschalter auf — AUSGANG und VENTIL Intermittierend — schalten. Vorausgesetzt, der Fühler ist in der Flüssigkeit eingetaucht, wird die Lampe VENTIL EIN **nicht** leuchten, es leuchtet die Lampe AUSGANG EIN, womit die Heizung eingeschaltet ist. Wird nun das Niveau unterschritten, so schaltet die Heizung aus und das Ventil schaltet ein. Das Niveau ausgeschaltet ist. Wird nun das Niveau überschritten, so daß der Fühler wieder voll eintaucht. Hierdurch bedingt schaltet das Ventil bei Überschreiten des eingestellten Niveaus aus und die Heizung wieder ein. Dieser Vorgang kann sich nun ständig wiederholen.

Ist der Schalter AUSGANG ausgeschaltet, arbeitet nur das VENTIL in der vorbeschriebenen intermittierenden Weise.

Abgleich des Fühlers

Das Gerät wird auf den mitgelieferten Fühler abgeglichen. Sollten sich jedoch Fehlschaltungen aufgrund von Alterung oder extremen Temperaturen ergeben, so kann auf der Rückseite mittels Schraubenzieher ein Abgleichwiderstand betätigt werden. Hierzu wird der Schalter auf „INTERMITTIEREND“ geschaltet und der Fühlerstecker herausgezogen. Der Fühler selbst wird in Wasser mit Zimmertemperatur so eingetaucht, daß beide Fühlerwiderstände in der Flüssigkeit sind. Es wird nun die rote Lampe aufleuchten. Der Abgleichwiderstand wird langsam so weit verstellt, daß die Lampe erlischt und der Verbraucher einschaltet. Nun dreht man den Widerstand langsam so weit zurück, daß die rote Lampe aufzu-leuchten beginnt (sie darf jedoch nicht volle Leuchtstärke erreichen) und der Verbraucher abschaltet. Steckt man nun den Fühlerstecker in die Gerätebuchse, so muß die Lampe ausgehen und der Verbraucher einschalten. Die grüne Lampe darf ganz schwach, nicht aber voll leuchten. Leuchtet die grüne Lampe hell auf, dann war der Abgleich zu grob und sollte vorsichtig wiederholt werden. Während des Normalbetriebes bei normaler Flüssigkeitstemperatur kann man zur Kontrolle die Lampen beobachten, wobei bei normalem Flüssigkeitsstand die grüne Lampe ganz leicht glimmen darf und die rote Lampe ausbleiben muß.

Sollte ein weiterer Fühler bzw. ein neuer Fühler eingesetzt werden, so ist der Abgleich wie vorbeschrieben durchzu-führen. Läßt sich dieser Abgleich dann nicht durchführen, so müßte das Gerät zusammen mit dem Fühler zur Überprüfung zum Werk eingesandt werden.

8112 NIVOMAT, elektronischer Niveauregler

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 40—60 Hz
Ausgangsleistung	: max. 2 kVA
Fühlerelemente	: NTC-Meßwiderstände 10 k Ohm
Spannung am Fühler	: ca. 10 V, von der Netzspannung galvanisch getrennt, berührungssicher

Abmessungen des Gerätes : Gehäuse - Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm

Gewicht : 3 kg

8112a Meßsonde mit NSK 19
(NTC-Meßwiderstände, 10 k Ohm)



8112a

DIGITAL-THERMOMETER mit Grenzwertmelder und Schreiberausgang

Das DIGITAL-THERMOMETER erlaubt die Temperaturmessung mittels eines Widerstands-Thermometers PT 100 DIN von $-199,9^{\circ}\text{C}$ bis $+199,9^{\circ}\text{C}$. Gleichzeitig kann dem Gerät über zwei Steckbuchsen auf der Frontplatte eine analoge Gleichspannung über den gesamten Meßbereich entnommen werden, und zwar von $-1,999\text{ V}$ bis $+1,999\text{ V}$ (Anschluß eines Spannungsschreibers). Zur Grenzwertüberwachung sind zwei Grenzwertmelder mit digitaler Einstellung eingebaut. Sie sind als Grenzwertmelder 1 und Grenzwertmelder 2 bezeichnet. Bei Übereinstimmung des eingestellten Grenzwertes mit dem angezeigten Wert (ohne Kommastelle) schaltet das Grenzwertrelais und schließt einen neutralen Kontakt. Dieser neutrale Kontakt ist auf Steckbuchsen an der Frontplatte herausgeführt, und zwar einmal je Grenzwert. Gleichzeitig wird mittels einer Leuchtdiode das Ansprechen des Grenzwertes angezeigt. Die Grenzwertmelder sind nur für den positiven Bereich, d.h. von 0°C bis $+199^{\circ}\text{C}$ anwendbar.



Inbetriebnahme

Das Gerät ist an 220 Volt 50 Hz (210 V—240 V und 40—60 Hz) anzuschließen und mittels Netzschalter einzuschalten. Die Netzkontroll-Lampe leuchtet auf, ebenso die Ziffernanzeige. Bei nicht eingestecktem Widerstands-Thermometer blinkt die Ziffernanzeige und kommt erst zum Stillstand, wenn das Thermometer eingesteckt ist. Der nun angezeigte Wert wird nicht mit der Wirklichkeit übereinstimmen, da das Gerät aufgrund seiner empfindlichen Gleichspannungsverstärker erst seine normale Betriebstemperatur einnehmen muß. Der angezeigte Wert ist beim Einschalten höher als normal und wird dann langsam abnehmen. Die größte Genauigkeit wird ca. 15 Minuten nach Einschalten erreicht. Der Meßverstärkereingang ist für eine Zweileiterschaltung ausgelegt, so daß der Leitungswiderstand im Gerät nicht berücksichtigt ist. Es muß deshalb ein Leistungsabgleich erfolgen (nur bei erstmaliger Inbetriebnahme mit einem neuen Widerstands-Thermometer). Hierzu ist auf der Rückseite ein Einstellregler vorgesehen, der mittels Schraubenzieher verstellt werden kann. Am zweckmäßigsten gleicht man auf null ab, indem man das Widerstands-Thermometer in Eiswasser werden kann. Das Thermometer sollte dann allerdings einige Minuten im Eis bleiben. Nach Möglichkeit sollte man die Temperatur des Eiswassers mittels eines hochgenauen Quecksilber-Thermometers kontrollieren, damit auch mit Sicherheit 0°C erreicht werden. Je genauer dieser Null-Abgleich erfolgt, um so genauer wird die Temperaturanzeige sein. Bei richtigem Abgleich wird eine Genauigkeit von besser als $\pm 0,5\%$ des Meßwertes erreicht. Die beiden Grenzwertmelder sind identisch und voneinander unabhängig über den gesamten positiven Meßbereich einstellbar. Hierbei ist zu beachten, daß als erste Ziffer immer entweder 0 oder 1 sein muß, d.h. beim Einstellen von beispielsweise 45°C muß die Einstellung 045 erfolgen. Wird der erste Schalter auf eine schwarze Stelle geschaltet (keine Ziffer) spricht der Grenzwertschalter nicht an. Der Meldekontakt ist bei 24 Volt bis 1 Amp. belastbar und bis 60 Volt bis maximal 0,5 Amp. Der Meldekontakt ist nicht als Starkstromkontakt einsetzbar, sondern kann immer nur ein Hilfsrelais (KONTASTAT, TRITRON, KONTRITRON) oder beispielsweise die Meldeeingänge beim NORMATRON (HEIZUNG Kontakt, SIEDEGRENZE Kontakt) betätigen. Der Eingangswiderstand des anzuschließenden Schreibers sollte größer als 10 k Ohm sein.

Technische Daten:

Anschlußspannung	: 220 V ~, 40—60 Hz
Meßfühler-Eingang	: Widerstands-Thermometer Pt 100 DIN
Regelbereich, ges.	: -199,9°C bis + 199,9°C
Anwendbarkeit des Grenzwertmelders	: ±0°C bis + 199°C
Anzeige-Genauigkeit	: besser als ±0,5% des Meßwertes
Eingangswiderstand des anzuschließenden Schreibers	: > 10 k Ohm
Belastbarkeit der Meldekontakte	: bis 1 Amp. bei 24 V bis max. 0,5 Amp bis 60 V
Abmessungen des Gerätes	: Gehäuse-Breite 285 mm, Höhe 125 mm, Tiefe 205 mm
Gewicht	: ca. 3,5 kg

8113 **Digital-Thermometer**

8113a **Digital-Thermometer**
mit 1 Grenzwertmelder

8113b **Digital-Thermometer**
mit 1 Grenzwertmelder und Schreiberausgang

8113c **Digital-Thermometer**
mit 2 Grenzwertmeldern und Schreiberausgang

Duran 50 / Solidexglas

Diese Art von Kühlfallen kann erforderlich werden bei z. B. wasserhaltigen Destillaten, um einem möglichen Zufrieren der Fallenrohre und somit einer Störung der Destillation wirksam zu begegnen.

Bei Normaldruck- oder Vakuumdestillation lassen sich — durch einfaches Umschalten der Vierweghähne — die mit Kugelschliffen ausgestatteten Kühlfallen bequem und schnell auswechseln, ohne daß störend in den Destillationsablauf eingegriffen werden müßte.

Die Anordnung der Kühlfallen geschieht zweckmäßig paarweise, damit auch während des Auswechselns eines Gefäßes (Volumen 500 ml) durch das dahinter geschaltete weitere Kühlung gewährleistet ist.

Alle Einzelteile dieser Kühlfallenanordnung werden untereinander voll auswechselbar hergestellt.

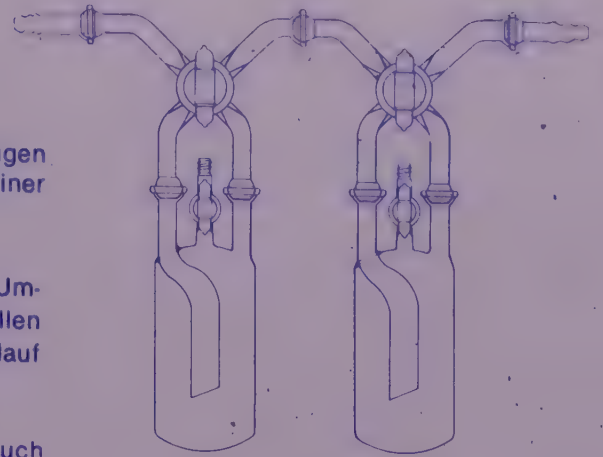
Die Kühlfallen sind auf eine passende Platte, die mit einer Stativstange versehen ist, zum Gebrauch aufmontiert.

Für besondere Arbeiten können beliebig viele Kühlfallenpaare hintereinander geschaltet werden.

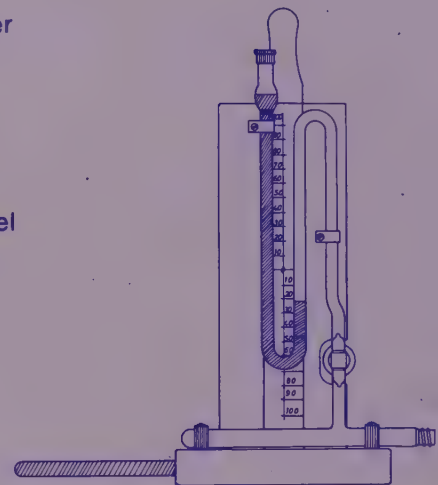
- 9213 Kühlfallen-System für kontinuierliche Destillation**
mit 2 Kühlfallen, 7 Kugelschliffklemmen KS 18, auf Platte montiert,
komplett mit Kugelschliffschale KSS 18 mit Olive und Kugelschliffkugel
KSK 18 mit Olive

- 510 Vakuummeter nach Bennert**
mit Spiegelglas-Skala
mit Normhahn 3 NS, komplett mit 1 Gewindeschlauchanschluß
(Hostafion ET)

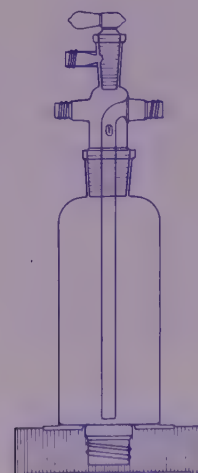
- 511 Vorschaltflasche**
mit NSH 29, Aufsatz mit NSK 29
und Pumpen-Normhahn 3 NS,
komplett mit 3 Gewindeschlauch-
anschlüssen (Hostafion ET)



9213
Maßstab 1:6



510
Maßstab 1:6



511
Maßstab 1:6

Inhaltsübersicht

Abnahmekolben	77	Flüssigkeitsteiler	62, 75
Abscheidegefäß	45, 93	Fridmann, W. M.	22
Anschlußkupplung, Gewinde-	73	Fritz	34, 53
Anschütz-Thiele-Vorlage	67, 100, 119	Füllkörper	72, 75
Antriebskopf, Canzler-	119	Füllkörperkolonnen	27, 28, 30, 72, 75
Auffanggefäß	72	Fünfhals-Destillationskolben	75
Aufsatz, Kolonnen-	93	Fürst	85, 87
Aufsatz, Stickstoff-	72		
Ausfrierfallen, Hochvakuum-	120	Gegenmagnet, geführter	98
Azeotrop-Aufsatz, Zweiphasen-	93	Gewindeanschlußkupplung	73
Azeotrop-Kolonnenköpfe	86-92	Gewindereduzierstücke	73
Azeotrop-Kolonnenkopf, elektronisch geregelt	89, 90, 92	Glasnadel-Eckventil	93, 96
		Glasnadelventil	96
BASF	125, 126, 127	Gleichgewichtsbestimmungs-apparatur	9, 131-133
Bayer AG	35	Glockenbodenkolonnen	14, 33-39
Bennert-Vakuummeter	163	Griff-Winkelthermometer	53
Berz, L.	85		
Bitners	79, 80	Hahnstück	120
Blasenzähler	72	Hahnverbindungsstück	114, 115
Bogenstück	75, 97	Hála, E.	10, 22
Bragg, L. B.	26	Halterungen, Kolonnen-	46
Brent	35, 80	Handgeregelter Kolonnenköpfe	59-61
Britton, E. C.	85	Harrison, J. M.	85
		Hawkins	35, 80
Canzler-Antriebskopf	119	Hebebühne	77
Canzler-Rotor	119	Hebebühne, Labor-	54
Canzler-Wischer	119	Heizbad, V2A-	55
Circulus, Magnetprüher	55	Heizhaube, Pilz®-	77
		Heizmanschette, Pilz-	133
Dampfsteiler	63	Heizungsregler, Porportional-	55, 154
Destillationskolben, Fünfhals-	75	Hochvakuum-Ausfrierfallen	120
Destillationskolben, Zweihals-	72	Hostaflon®-Band	53
Destillierbrücke	121	Hostaflon®-Manschette	72, 98, 137
Differenzdruckmessung, Kühlelement	102	Hostaflon®-Pumpenläufer	98, 137
Differenzdruck-Manometer	102	Hübner, W.	22
Digital-Thermometer	161	Hüls, Chemische Werke	91, 92
Dosiertrichter	76, 126-128, 119		
Dreckkolonne	79, 80	IKA-Magnetprüher	54
Drehbandkolonne	15, 49-55	Intensivkühler	114
Drehvorlage	53, 66	Intensivrückflußkühler	88
Dünnschicht-Verdampfer	114, 115		
		Ju Chin Chu	22
Eckventil, Glasnadel-	93, 96	Junge	61
Einsatzrohr	93	Jasaitis, Z.	85
Elektronisch geregelte Kolonnenköpfe	62-67, 75		
Ewell, R. H.	85	Kaminsky-Kolonnenkopf	60, 64, 65
		Kaskaden-Verdampfer	121
Fallfilm-Verdampfer	107, 108	Kellog-Company	22
Fenske, M. R.	22		

Kipp-Manometer	114, 115
Klemmen, Kugelschliff-	73, 77, 93, 120
Kirschbaum, E.	22
Kogan, W. B.	22
Kolonnen-Aufsatz	93
Kolonne, Dreck-	79, 80
Kolonne, Füllkörper-	27, 28, 30, 75
Kolonnen, Glockenboden-	14, 33-39
Kolonnen-Halterung	46
Kolonnenkopf-Kontaktthermometer	76
Kolonnenkopf-Kontrollthermometer	76
Kolonnenköpfe, Azeotrop-	86-92
Kolonnenköpfe, elektronisch geregelt	62-67, 75
Kolonnenköpfe, handgeregelt	59-61, 72, 65
Kolonnen, Mikro-	30
Kolonnen-Seitenabnahimestücke	44
Kolonnen, Sulzer-	28
Kolonnen-Verschraubungen	46, 73, 76
Kolonnen, Vigreux-	29, 30
Kolonnen-Zulaufstücke	42, 43
Kontaktthermometer, Kolonnenkopf-	76
Kontaktthermometer, Sumpf-	76
Kontastat	147
Kontritron, Leistungssteller	156
Kontrollthermometer, Kolonnenkopf-	76
Kugelschliffklemmen	73, 77, 93, 120
Kugelschliffkugel mit Olive	173
Kugelschliffschale mit Olive	120, 137
Kugelschliffschale, V4A-	114, 115, 120
Kugelschliff-Verschraubung	46, 76, 120
Kühlelement, Differenzdruckmessung	102
Kühler, Intensiv-	114
Kühlfallen-System	114, 163, 115
Kurzhals-Rundkolben	119
Kurz-Schlangenkühler	93
Kurzwegverdampfer	118, 119
Krell, E.	58

Labor-Glaspumpe	137
Labor-Hebebühne	54
Landolf-Börnstein	22
Lewis, J. W.	26

Magnete, Ersatz-	146
Magnetrührer, Circulus-	55
Magnetrührer, IKA-	54
Magnetstäbchen	53
Magnetventil	158, 55, 77
Manometer, Differenzdruck-	102
Manometer, Kipp-	114, 115
Manometer, Schrägrohr-	151
Maschendrahrtringe	75, 72
McCabe-Thiele	22
Merck	70

Meßsonde	160
Mikrodrehbandkolonne	15, 49-55
Mikro-Kolonnen	30
Mikro-Kolonnenköpfe	61, 65, 66
Mikromat III	145
Mikromat IV	145, 146
Molekulardestillationsapparatur	119
Molekularsieb	73
Molekularsiebanlage	69-73
Molekularsiebsäule	72

Nivomat	159, 160
Normag-Laborglaspumpe	135-137
Normatron	77, 139-144
Normastat	149-151
Normschliff-Stopfen	73, 114, 115, 120
Normschliff-Verschraubung	120
Nölkensmeier	111, 113, 114, 115
NTC-Meßwiderstände	160

Olive mit Kugelschliffkugel	137
Olive mit Kugelschliffschale	137

Pilz®-Heizhaube	77
Pilz®-Heizmanschette	133

Planschliff-Verschraubung	120
Podder	80
Probeentnahmestück	42
Proportional-Integral-Regler PIOSTAT	152-154
Pt 100, Widerstandsthermometer	76
Puffergefäß	120

Quarz-Stabtauchheizer	96, 97, 98, 99
-----------------------	----------------

Regenerierungsgefäß	73
Rotafilm®	118, 119
Rotor, Canzler-	119
Röck, H.	132
Rundkolben, Kurzhals-	119
Rückflußkühler, Intensiv	88
Rücklaufmesser	42
Rücklaufteiler	61

Schlangenkühler, Kurz-	93	Verbindungsstück, Hahn-	114, 115
Schlunder, E. U.	22	Verbindungsstück, Seitenkolonnen-	45
Schmickler	34	Verdampfer, Dünnschicht-	114, 115
Schmitz	102	Verdampfer, Fallfilm-	107, 108
Schnabel	96	Verdampfer, Kaskaden-	121
Schrägrohrmanometer	151	Verdampfer, Kurzweg-	118, 119
Securat	55, 77, 157, 158	Verdampfer, Umlauf-	95-100
Seitenabnahmestücke, Kolonnen-	44	Verdampfer, Zwangsumlauf-	98-100
Seitenkolonnen-Verbindungsstück	45	Verschraubungen, Kolonnen-	46, 73, 76
Siedekapilare	53	Verschraubungen, Kugelschliff	46, 76, 120
Siedekolben, Spezial-	53	Verschraubung, Planschliff-	120
Sieg	132	Verschraubung, Normschliff-	120
Spezialkolben	101	Vigreux-Kolonnen, Vakuummantel-	29, 30
Spezialkolonnenkopf	67	Vogt	49, 53
Spezial-Siedekolben	53	Vorentgaser	119, 114
Stabtauchheizer, Quarz-	96, 97, 98, 99	Vorheizer	43
Standflasche, Vorrats-	72	Vorlage, Anschütz-Thiele-	67, 100, 119
Stativ, fahrbar	78	Vorlage, Dreh-	53, 66
Stickstoff-Aufsatz	72	Vorratsstandflasche	72
Stickstoffkolben	72	Vorschaltflasche	163
Stopfen, Normschliff-	73, 114, 115, 120	V2A-Heizbad	55
Sulzer-Kolonnen	28	V4A-Kugelschlißschale	115, 114, 120
Sumpfdruckregler	101	V4A-Übergangsstück	120
Sumpf-Kontaktthermometer	76		
Test-Destillationen	39	Wassermangelsicherung	55, 77, 157, 158
Thermometer, Digital-	161	Widerstandsthermometer	76
Tritron, Temperaturregler	55, 77, 154, 155	Wingler	53
		Winkelstück	120
		Winkelthermometer	53
		Wischer, Canzler-	119
Umlaufverdampfer	95-100		
Umlaufapparatur	131-133		
Übergangsstück, V4A-	120		
		Young, W. G.	85
Vakuummantel-Füllkörperkolonnen	27, 28, 30, 75		
Vakuummantel-Vigreux-Kolonnen	29, 30	Zulaufstücke, Kolonnen-	42, 43
Vakuummeter, Bennert-	163	Zwangsumlaufverdampfer	98-100
Ventil, Glasnadel	96	Zweihals-Destillationskolben	72
Ventil, Glasnadel-Eck-	93, 96	Zweiphasen-Azeotrop-Aufsatz	93
Ventil, Magnet-	55, 77, 158	Zwischenstücke	119

Allgemeine Verkaufs- und Lieferbedingungen

1. Für unsere Lieferungen gelten die nachstehenden Bedingungen. Abweichende Bestimmungen - insbesondere in formularmäßigen Einkaufsbedingungen - sind für uns nur dann verbindlich, wenn wir sie ausdrücklich schriftlich anerkennen.
2. Unsere Angebote sind unverbindlich, es sei denn, die Abweichung ist ausdrücklich vermerkt. Eingehende Aufträge werden für uns erst durch unsere schriftliche Bestätigung verbindlich. Gleiches gilt für mündliche Abreden und Erklärungen jeder Art.
3. Eine Gewähr für die Einhaltung bestimmter Lieferfristen können wir nicht übernehmen. Höhere Gewalt sowie Arbeiter-, Energie- und Rohstoffmangel, behördliche Verfügungen, Auswirkungen von Arbeitskämpfen, Verkehrsstörungen, Betriebsstörungen oder ähnliche Lieferhindernisse lassen unsere Lieferpflichten ruhen und berechtigen uns, von dem Vertrag ganz oder teilweise zurückzutreten.
4. Wir bewirken Versand und Verpackung nach bestem Ermessen, haften aber nicht für die billigste Verfrachtung. Als Nachweis einwandfreier Verpackung genügt die unbeanstandete Annahme der Ware durch den Spediteur oder Frachtführer. Unsere Sendungen reisen grundsätzlich auf Kosten des Käufers und stets auf seine Gefahr; Abweichungen sind in unserer Auftragsbestätigung vermerkt.
Ist Rückgabe der Verpackung vereinbart, so haftet der Käufer auch für Zufall.
5. Für die Berechnung sind allein die von uns beim Abgang ermittelten Mengen maßgebend.
6. Wir behalten uns vor, Vorauszahlung oder Sicherheitsleistung zu verlangen oder vom Vertrag zurückzutreten, wenn Umstände eintreten oder bekanntwerden, durch die unsere Forderungen gefährdet erscheinen.
7. Die Ware bleibt unser Eigentum, bis der Käufer seine gesamten Verbindlichkeiten aus unseren Geschäftsbeziehungen getilgt hat.
8. Beanstandungen jeder Art müssen uns unverzüglich, spätestens aber innerhalb von 10 Tagen, nach Empfang der Ware schriftlich zugegangen sein. Ist die Beschaffenheit der Ware zu Recht beanstandet, so werden wir sie entweder umtauschen oder gegen Erstattung des Kaufpreises zurücknehmen. Fehlmengen werden, wenn möglich, nachgeliefert, andernfalls erteilen wir Gutschrift.
Weitergehende Ansprüche sind ausgeschlossen. Insbesondere haften wir nicht für Sach- oder Vermögensschäden des Käufers.
9. Unsere Beratung beruht auf langjähriger Erfahrung. Sie ist jedoch unverbindlich und befreit den Kunden nicht davon, unsere Geräte und Verfahren auf ihre Eignung für seine Zwecke selbst zu überprüfen.
10. Erfüllungsort ist Hofheim (Taunus).
11. Gerichtsstand ist ausschließlich Frankfurt (Main).

